

Code: 282-54110

JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT JOURNAL

KOKAI PATENT APPLICATION NO. HEI 8[1996]-337971

Technical Disclosure Section

Int. Cl.⁶: D 06 M 15/03
13/463
D 06 M 15/03

Application No.: Hei 7[1995]-144583

Application Date: June 12, 1995

Publication Date: December 24, 1996

No. of Claims: 3 (Total of 17 pages; OL)

Examination Request: Not requested

LIQUID SOFTENER COMPOSITION

Inventors: Kazutaka Shiratsuchi
Kao Corp.,
Research Laboratory
1334, Minato
Wakayama-shi
Wakayama-ken

Junichi Inokoshi
Kao Corp.,
Research Laboratory
1334, Minato
Wakayama-shi
Wakayama-ken

BEST AVAILABLE COPY

Akira Sakaguchi
Kao Corp.,
Research Laboratory
1334, Minato
Wakayama-shi
Wakayama-ken

Applicant:

000000918
Kao Corp.
1-14-10, Kayaba-cho,
NiHonbashi, Chuo-ku,
Tokyo

Agent:

Hajime Furutani,
patent attorney,
and three others

Abstract

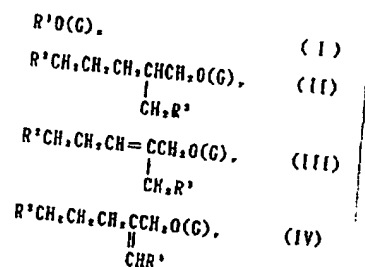
Objective

A liquid softener composition is provided which is able to obtain softness of fibers with no oiliness.

Constitution

A liquid softener composition consisting of (A) compounds of formulas (I)-(IV), (B) either an acid chloride or quaternary ammonium salt of an amine containing a long-chain hydrocarbon group, and (C) cationic cellulose containing 0.1-4 wt% nitrogen with the weight ratio of (A)/(B) + (C) = 99/1 to 50/50 and with the weight ratio of (A)/(C) = 99/1 to 65/35.

[Structure 1]

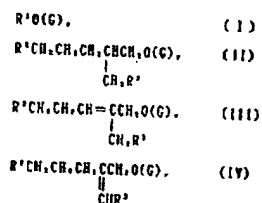


(R¹ represents a long-chain alkyl group or alkenyl group with C₁₀₋₂₄ with a weight ratio of alkyl group/alkenyl group = 80/20 to 99.995/0.005. R² and R³ represent straight-chain alkyl groups or alkenyl groups with C₇₋₁₉. G represents a glycosyl group containing either a 5- or 6-member ring. x represents 1-3. y represents 1-5.)

Claims

1. A liquid softener composition characterized by containing the following (A) component, (B) component, and (C) component as the essential components with the weight ratio of ((A) component)/((B) component + (C) component) = 99/1 to 50/50 and the weight ratio of ((A) component)/((C) component) = 99/1 to 65/35, i.e.,
 ((A) component): one or more types chosen from compounds of the following formulas (I)-(IV), i.e.,

[Structure 1]



(in the formulas,

R^1 : a mixed group of a long-chain alkyl groups with carbon number 10-24 and an alkenyl group with the weight ratio of alkyl groups/alkenyl groups = 80/20 to 99.995/0.005;

R^2 , R^3 groups: same or different straight-chain alkyl groups with carbon number 7-19 or alkenyl groups;

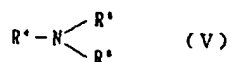
G: a glycosyl group containing either a 5- or a 6-member ring.

x: number of 1-3 indicating the average condensation degree of sugar;

y: number of 1-5 indicating the average condensation degree of sugar);

((B) component): one or more types of acid chlorides or quaternary ammonium salts of compounds of the following formulas (V)-VIII)

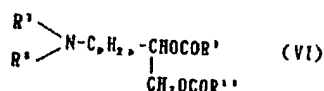
[Structure 2]



(in the formula,

R^4 : an alkyl group with carbon number 1-4 or a hydroxyalkyl group
 R^4 , R^+ : same or different straight-chain or branched-chain alkyl groups with carbon number 12-32 which may be interrupted by either a $-\text{COO}-$ bond or $-\text{CONH}$ bond or alkenyl groups);

[Structure 3]



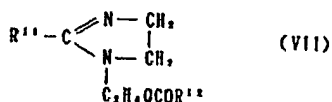
(in the formula,

R^7 , R^8 : same or different alkyl groups with carbon number 1-4 or hydroxyalkyl groups;

R^9 , R^{10} : same or different straight-chain or branched-chain alkyl groups with carbon number 11-31 or alkenyl groups;

p: number from 1-10;

[Structure 4]

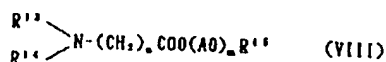


(in the formula,

R¹¹: a straight-chain or a branched-chain alkyl group with carbon number 11-31 which may be interrupted by either a -COO-- bond or -CONH- bond, or an alkenyl group;

R¹²: a straight-chain or a branched-chain alkyl group with carbon number 11-31 or an alkenyl group);

[Structure 5]



(in the formula,

R¹³, R¹⁴: same or different alkyl groups with carbon number 1-5 or a hydroxyalkyl group;

R¹⁵: a straight-chain or a branched-chain alkyl group with carbon number 20-44 or an alkenyl group;

A: an alkylene group with carbon number 2-3; an alkylene group with carbon number 2 may be mixed with an alkylene group with carbon number 3;

m: number from 0-20;

n: number of 1 to 6];

((C) component): cationic cellulose containing 0.1-4 wt% nitrogen, which is measured by the Kjeldahl method.

2. A liquid softener composition described in Claim 1, characterized by including formulas (I)-(IV) containing G, which is one or more of an arabinosyl group, a licisosyl [transliteration] group, a ribosyl group, a xylosyl group, galactosyl group, a glucosyl group, a mannosyl group, a maltosyl group; a xylobiosyl group, an isomaltosyl group, a cellobiosyl

group, a gentiobiosyl group, a lactosyl group, a sucrosyl group, a nigerosyl group, a raffineryl group, and a gentianosyl group.

3. A liquid softener composition described in Claim 1, characterized by including formula (I)-IV) containing G, which is one or more of hexosamine residual groups and N-acetylated hexosamine residual groups.

Detailed explanation of the invention

[0001]

Industrial application field

The present invention is concerned with a liquid softener composition for clothes able to obtain both softness and the antistatic property for various types of fibers.

[0002]

Prior art and problems to be solved by the invention

When clothes were repeatedly worn and washed many times, a fiber-treating agent was removed by washing, or fibers were deteriorated, resulting in hardening of clothes. So, clothes were not comfortable when worn. Because of the above-mentioned reason, a softener able to obtain both softness and antistatic property for fibers was used at home. The majority of commercial home softeners contained a cationic surfactant (which is referred to as a quaternary ammonium salt from now on) containing both 1-2 long-chain alkyl groups and quaternary ammonium groups per

molecule, especially di(cured tallow alkyl) dimethyl ammonium salt, as a main component.

[0003]

The softening effect of a softener was exhibited when the friction coefficient of the fiber surface was decreased due to the lubricating effect of the hydrophilic region of a base molecule adsorbed to the fiber surface. A conventional softening base having good softening effect obtained oiliness for treated clothes. The degree of oiliness depended on the type of fiber or the type of knitting. In the case of the following, i.e., underwear brought in direct contact with the skin such as cotton hosiery underwear or nylon tricot slips and towels that were directly touched by hands, oiliness or greasiness was obtained by softening. As the concentration of the softener increased, the softening effect increased, but oiliness also increased. It was assumed that there was a correlation between oiliness and the softening effect in the case of the conventional softener composition containing both a quaternary ammonium salt and the various types of additives.

[0004]

Patent applications were made for the following softener compositions containing both quaternary ammonium salt and the various additives, i.e., a softener containing an acyclic quaternary ammonium salt and the specific quaternary polyammonium salt, and nonionic compound (Japanese Kokoku Patent No. Sho 60[1985]-47384); a softener containing a quaternary ammonium

salt, cationic polyamide, and fatty acid glyceride (Japanese Kokai Patent Application No.

Sho 63[1988]-282372); and a softener containing a quaternary ammonium salt, fatty acid (salt), and glyceride (Japanese Kokai Patent Application No. Sho 63[1988]-295764). However, as far as the softener composition containing a quaternary ammonium salt as an active ingredient, even if the various additives were used, the above-mentioned problem about oiliness could not be solved. Especially, when the softener composition was used for treatment in comparatively high concentration, it caused obvious discomfort.

[0005]

The purpose of the present invention is to provide a liquid softener composition able not to obtain oiliness for fibers to be treated when used in high concentration for treatment, but to obtain softness for either natural or synthetic fibers, and able to be used in a washing tank during rinsing.

[0006]

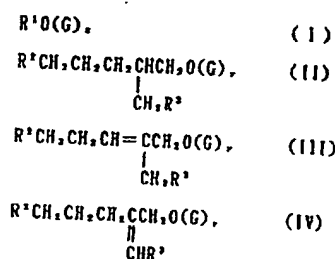
Means to solve the problems

Research to solve the above-mentioned problems was undertaken by the inventors; then, it was found that the above-mentioned purpose could be completed by combining and using selected components. Then, the present invention was completed. Therefore, the present invention is a liquid softener composition characterized by containing the following (A) component, (B)

component, and (C) component as the essential components with the weight ratio of ((A) component)/((B) component + (C) component) = 99/1 to 50/50 and the weight ratio of ((A) component)/((C) component) = 99/1 to 65/35, i.e., ((A) component): one or more types chosen from compounds of the following formulas (I)-(IV), i.e.,

[0007]

[Structure 6]



[0008]

(in the formulas,

R¹: a mixed group of a long-chain alkyl groups with carbon number 10-24 and an alkenyl group with the weight ratio of alkyl group/alkenyl group = 80/20 to 99.995/0.005;

R², R³ groups: same or different straight-chain alkyl groups with carbon number 7-19 or alkenyl groups;

G: a glycosyl group containing either a 5- or 6-member ring;

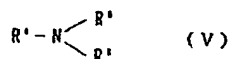
x: number from 1-3 indicating the average condensation degree of sugar;

y: number from 1-5 indicating the average condensation degree of sugar);

((B) component): one or more types of acid chloride or quaternary ammonium salts of compounds of the following formulas (V)-(VIII)

[0009]

[Structure 7]



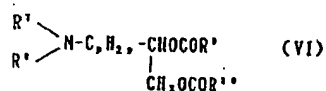
[0010]

(in the formula,

R^4 : an alkyl group with carbon number 1-4 or a hydroxyalkyl group; R^5 , R^6 : same or different straight-chain or branched-chain alkyl groups with carbon number 12-32 which may be interrupted by either a -COO-- bond or a -CONH- bond or alkenyl groups);

[0011]

[Structure 8]



[0012]

(in the formula,

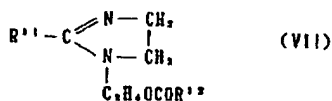
R^7, R^8 : same or different alkyl groups with carbon number 1-4 or hydroxyalkyl groups;

R^9, R^{10} : same or different straight-chain or branched-chain alkyl groups with carbon number 11-31 or alkenyl groups;

p : number of 1-10);

[0013]

[Structure 9]



[0014]

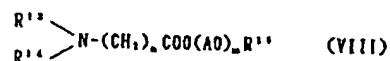
(in the formula,

R^{11} : a straight-chain or a branched-chain alkyl group with carbon number 11-31 which may be interrupted by either a $-COO-$ bond or $-CONH-$ bond, or an alkenyl group;

R^{12} : a straight-chain or a branched-chain alkyl group with carbon number 11-31 or an alkenyl group);

[0015]

[Structure 10]



[0016]

(in the formula,

R^{13} , R^{14} : same or different alkyl groups with carbon number 1-5 or a hydroxyalkyl group;

R^{15} : a straight-chain or a branched-chain alkyl group with carbon number 20-44 or an alkenyl group;

A: an alkylene group with carbon number 2-3; an alkylene group with carbon number 2 may be mixed with an alkylene group with carbon number 3;

m: number from 0-20

n: number from 1-6];

((C) component): cationic cellulose containing 0.1-4 wt% nitrogen, which is measured by the Kjeldahl method.

[0017]

In the following, the details of the present invention are explained.

One or more types chosen from alkyl glycoside containing both a straight-chain alkyl group of formula (I) and an alkenyl group, and an alkyl containing a branched-chain alkyl group of

formula (II)-(IV) or an alkenyl group, or alkenyl glycoside are used as component (A) of ((A) component) of the present invention.

[0018]

In formula (I), R_1 group represents a mixed group of a straight-chain alkyl group with carbon number 10-24 and an alkenyl group. The weight ratio of the alkyl group to the alkenyl group is equal to alkyl group/alkenyl group = 80/20 to 99.995/0.005, especially 95/5 to 99.99/0.01, preferably 98/2 to 99.99/0.01. In the case of the weight ratio of the alkyl group to the alkenyl group which is less than 80/20, clothes repeatedly treated are not greasy, but the softness of the clothes is worsened. In the case of the weight ratio of the alkyl group to the alkenyl group which is more than 99.995/0.005, clothes become soft, but also greasy due to the high-concentration treatment.

[0019]

In formula (I), it is suitable that 90 wt% or more, especially 95 wt% or more, of both an alkyl group with carbon number 14-18 and an alkenyl group is contained in the entire amounts of both an alkyl group and an alkenyl group that are represented by R^1 . In the case of containing less than 90 wt%, the shelf stability of a softener composition is worsened. In formula (I) shown by R^1 , both an alkyl group and an alkenyl group originating from the following, i.e., natural fat and oil such as tallow, lard, or palm oil; or synthetic alcohol with carbon number 10-24, are suitable. If necessary, the length of an alkyl

chain can be adjusted by fractionation, distillation, or top-cutting.

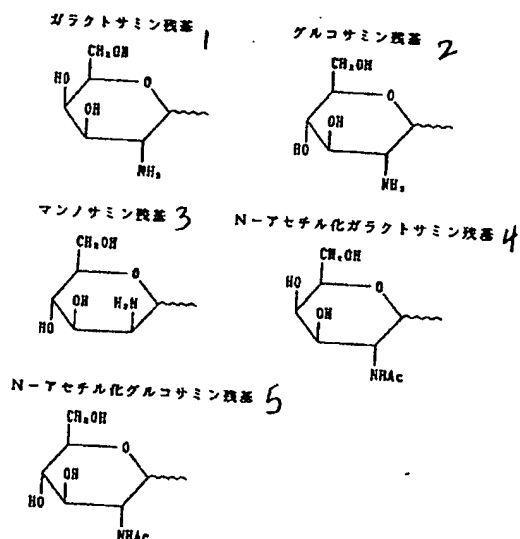
[0020]

In formula (I), x represents the average condensation degree of sugar, and can be given by the NMR method. In order to reduce oiliness, x is suitably 1-3, especially 1-2, preferably 1-1.5. It is especially preferred to be 1 or more and less than 1.4. In formula (I), G represents a glycosyl group containing either a 5- or 6-member ring structure. Examples of the sugar-chain bond described by $(G)_x$ include the following, i.e., 1,2-bond; 1,3-bond; 1,4-bond; 1,6-bond; α - or β -pyranoside bond or furanoside bond; and their combination. In formula (I), the structure of G is determined by either monosaccharide or polysaccharide, which is a raw material. Examples include the following, i.e., arabinosyl group; licisosyl group; ribosyl group; xylosyl group; galactosyl group; glucosyl group; mannosyl group; maltosyl group; xylobiosyl group; isomaltosyl group; cellobiosyl group; gentiobiosyl group; lactosyl group; sucrosyl group; nigerosyl group; turanosyl group; raffinosyl group; gentianosyl group; melezitotsyl group; hexosamine residual groups of the following formula such as galactosamine residual groups of the following formula; glucosamine residual groups of the following formula; or mannosamine residual groups of the following formula; N-acetylated hexosamine residual groups of the following formula such as N-acetylated galactosamine residual groups of the following formula or N-acetylated glucosamine residual groups of the following formula; nitrogen-containing ketocarboxylic acid residual groups such as neuraminic acid

residual groups of the following formula, sialic acid residual groups of the following formula (N-acetylated neuraminic acid residual group), or muramic acid residual group of the following formula. One or more types of them are used.

[0021]

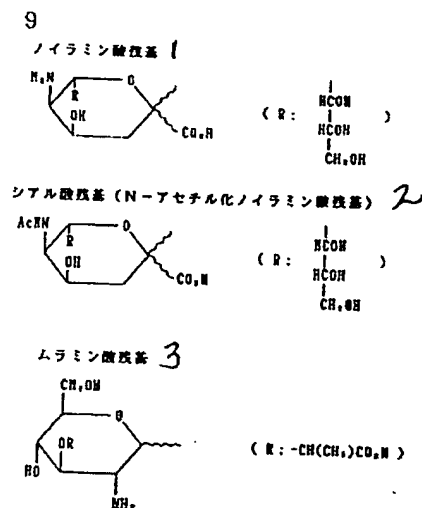
[Structure 11]



- Key:
- 1 Galactosamine residual group
 - 2 Glucosamine residual group
 - 3 Mannosamine residual group
 - 4 N-Acetylated galactosamine residual group
 - 5 N-Acetylated glucosamine residual group

[0022]

[Structure 12]



Key: 1 Neuraminic acid residual group
 2 Sialic acid residual group of the following formula (N-acetylated neuraminic acid residual group),
 3 meramic acid residual group

[0023]

The following is preferred, i.e., glucosyl group; mannosyl group; galactosyl group; maltosyl group; sucrosyl group; galactosamine residual group; N-acetylated galactosamine residual group; glucosamine residual group; N-acetylated glucosamine

residual group; mannosamine residual group; neuraminic acid residual group, sialic acid residual group (N-acetylated neuraminic acid residual group); and meramic acid residual group.

[0024]

The alkyl or alkenyl glycoside of formulas (II)-(IV) is different from the alkyl glycoside of formula (I), and is characterized by containing a branched long-chain hydrocarbon group. In formulas (II)-(IV), R^2 and R^3 are the same or different, and represent straight-chain alkyl groups with carbon number 7-19 or alkenyl groups. They are different from the R^1 group of formula (I). The content of an alkyl group or an alkenyl group in R^2 or R^3 is not specifically restricted.

[0025]

Examples of (R^2 group, R^3 group) of formulas (II)-(IV) include the following, i.e., (R^2 group) = (R^3 group) = straight-chain alkyl group with carbon number 9-19 such as cis-6-pentadecenyl group or trans-6-pentadecenyl group; (R^2 group, R^3 group) = (pentadecyl group, tridecyl group) such as (pentadecyl group, undecyl group), (pentadecyl group, nonyl group), (tridecyl group, pentadecyl group), undecyl group, pentadecyl group), (nonyl group, pentadecyl group), (pentadecyl group, cis-6-pentadecenyl group), (pentadecyl group, trans-6-pentadecenyl group), (cis-6-pentadecenyl group, pentadecyl group), or (trans-6-pentadecenyl group, pentadecyl group). The following is especially preferred, i.e., (R^2 group) = (R^3 group) = straight-chain alkyl group with carbon

number 11-15; (R^2 group, R^3 group) = (pentadecyl group, tridecyl group); (pentadecyl group, undecyl group); (tridecyl group, pentadecyl group); and (undecyl group, pentadecyl group).

[0026]

A hydrocarbon group originating from natural fat and oil, such as tallow, palm oil, palm-kernel oil, coconut oil, fish oil, lard, olive oil, or rapeseed oil; or a synthetic alcohol containing a branched long-chain hydrocarbon group, is used as a branched long-chain hydrocarbon group of formulas (I)-(IV).

[0027]

In formulas (II)-(IV), y represents the average condensation degree of sugar, and can be given by NMR method. In order to reduce oiliness, y is suitably 1-5, especially 1-3, preferably 1-2. It is especially preferred to be 1 or more and less than 1.4. In formulas (II)-(IV), (G) examples of the sugar-chain bond described by $(G)_y$ include the following, i.e., 1,2-bond; 1,3-bond; 1,4-bond; 1,6-bond; α - or β -pyranoside bond or furanoside bond; and their combination. The structure of G of formulas (II)-(IV) is determined by either a monosaccharide or polysaccharide, which is a raw material, like G of formula (I). Examples include the examples of G of the above-mentioned formula (I) which are either monosaccharide or polysaccharide residual groups. The following is preferred, i.e., glucosyl group; mannosyl group; galactosyl group; maltosyl group; sucrosyl group; galactosamine residual groups of the above-mentioned formula;

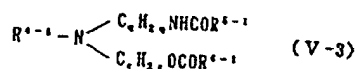
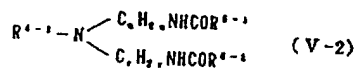
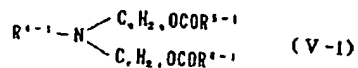
N-acetylated galactosamine residual groups of the above-mentioned formula; glucosamine residual groups of the above-mentioned formula; N-acetylated glucosamine residual groups of the above-mentioned formula; mannosamine residual groups of the above-mentioned formula; neuraminic acid residual group of the above-mentioned formula, sialic acid residual groups of the above-mentioned formula (N-acetylated neuraminic acid residual groups); and muramic acid residual groups of the above-mentioned formula. Among compounds of formulas (I)-(IV), compounds of formula (I) or (II) are preferred because of softness.

[0028]

One or more acid chloride or quaternary ammonium salt of the compounds of the above-mentioned formula (V)-(VIII) or a quaternary ammonium salt is used as component (B) of ((B) component) of the present invention. Suitable examples of compounds of the above-mentioned formula (V) include the following, i.e., compounds of the following formulas (V-1)-(V-3), i.e.,

[0029]

[Structure 13]



[0030]

(In the formula,

R^{4-1} : an alkyl group with carbon number 1-4 or a hydroxyalkyl group;

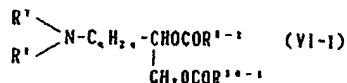
R^{5-1} , R^{6-1} : same or different straight-chain or branched-chain alkyl groups with carbon number 13-21 or alkenyl groups

q, r : same or different number from 1-3).

Suitable examples of compound of the above-mentioned formula (VI) include compounds of the following formula (VI-1).

[0031]

[Structure 14]



[0032]

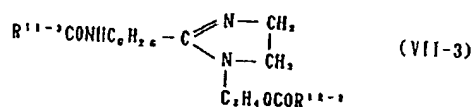
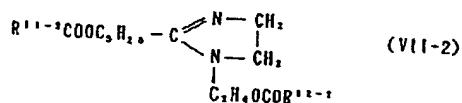
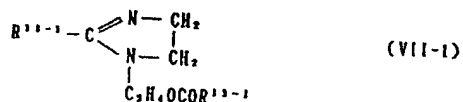
(In the formula,

R^7 , R^8 , q : same as the above-mentioned; R^{9-1} , R^{10-1} : same or different straight-chain or branched-chain alkyl groups with carbon number 13-21 or alkenyl groups).

Suitable examples of compounds of the above-mentioned formula (VII) include the following, i.e., compounds of the following formulas (VII-1)-(VII-3).

[0033]

[Structure 15]



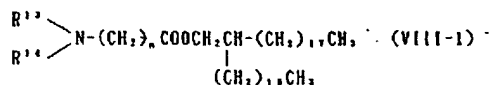
[0034]

(In the formulas, R^{11-1} , R^{11-2} , R^{11-3} , R^{12-1} , R^{12-2} , and R^{12-3} : same or different straight-chain or branched-chain alkyl groups with carbon number 11-23, or alkenyl groups; s: number from 2-5].

Suitable examples of compounds of the above-mentioned formula (VIII) include the following, i.e., compounds of the following formula (VIII-1).

[0035]

[Structure 16]



[0036]

(In the formula, R^{13} , R^{14} , n: same as the above-mentioned R^{13} , R^{14} , and n.)

Compound (B) of the present invention can be made by neutralizing compounds of the above-mentioned formula (V)-(VIII) with acid or quaternizing it with a quaternizing agent. Examples of acids used for the neutralization include the following, i.e., inorganic acid such as hydrochloric acid, sulfuric acid, phosphoric acid, or nitric acid; organic acids with carbon number 1-5 such as glycolic acid. Hydrochloric acid, sulfuric acid, or glycolic acid is preferred. Examples of quaternizing agents

include the following, i.e., methyl chloride; methyl bromide; dimethyl sulfate; diethyl sulfate; ethylene oxide; and propylene oxide. Methyl chloride, dimethyl sulfate, or ethylene oxide is preferred.

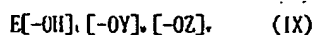
[0037]

Compounds of formula (V), (VI), or (VIII) are preferred for component (B) of the present invention. Compounds of formula (V) or (VIII) are preferred because of softness. Compounds of (V-1) or (V-3) are preferred for compounds of formula (V). Compounds of formula (V-3) [are preferred] because of softness.

[0038]

Cationic cellulose containing 0.1-4 wt% nitrogen measured by the Kjeldahl method is suitable as component (C) of ((C) component) of the present invention. The cationic cellulose is a water-soluble polymer containing glucose anhydride as a structural unit. Examples of cationic cellulose include the following, i.e., compounds of the following formula (IX).

[0039]



(In the formula,

E group: a residual group containing cellulose from which all the alcoholic hydroxy groups are removed;

(-OH) group, (-OY group), (-OZ) group: groups bonding to E group in the case of carbon to which a hydroxy group removed from cellulose bonds. Y group represents a group containing quaternary nitrogen. Z group represents a substituent group with entire carbon number 1-10 containing no quaternary nitrogen.

t, u, v: number greater than 0. $t + u + v$ represents the entire amount of hydroxy groups of cellulose. u is chosen to obtain 0.1-4 wt% (obtained by measurement using Kjeldahl method) nitrogen contained in the molecule of cationic cellulose.)

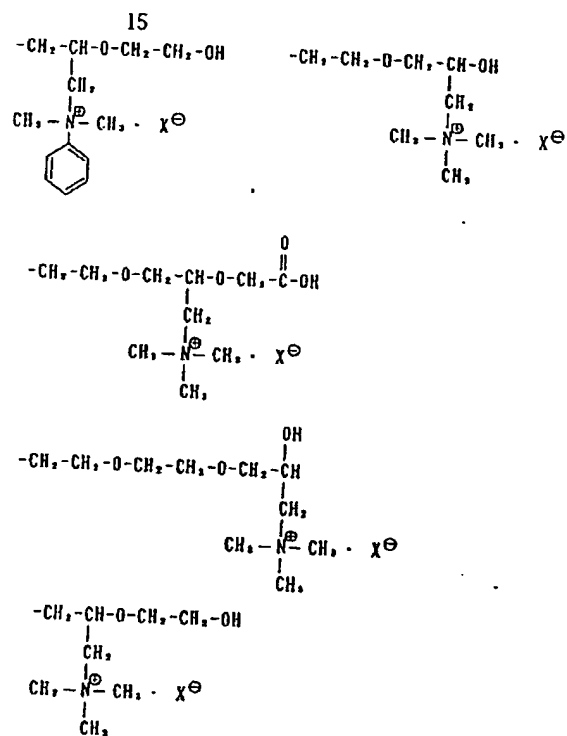
Cationic cellulose used for the present invention contains nitrogen in amounts (which is referred to as nitrogen content from now on) of 0.1-4 wt%, especially 0.5-3.5 wt%, preferably 1-3 wt% per molecule, which is obtained by measurement using the Kjeldahl method. In the case of using component (C that has a nitrogen content that is not included in the range of 0.1-4 wt%, the produced liquid softener composition does not have the softening effect desired for the present invention.

[0040]

Any method can be used for production of cationic cellulose used for the present invention. A method described in Japanese Kokoku Patent No. Sho 45[1970]-20318, Japanese Kokai Patent Application No. Sho 56[1981]-62801, or Japanese Kokoku Patent Sho 59[1984]-42681 can be used. Examples of Y group contained in formula (IX) include the following group, i.e.,

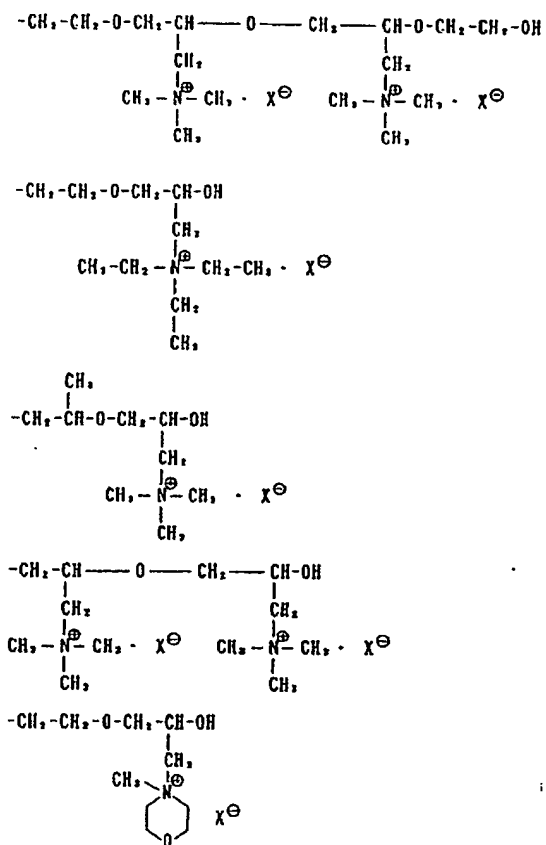
[0041]

[Structure 17]



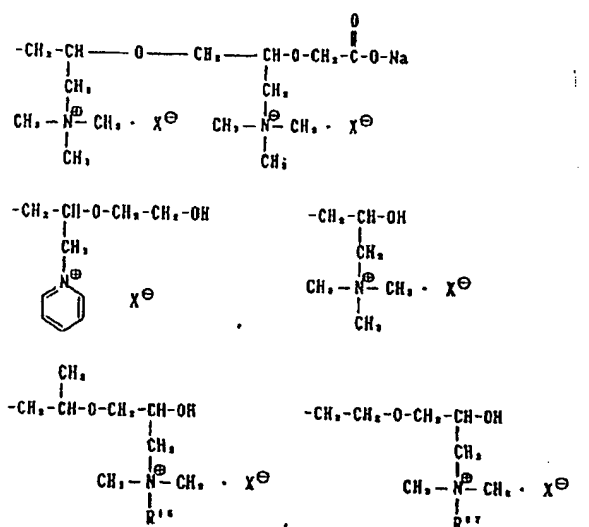
[0042]

[Structure 18]



[0043]

[Structure 19]



(In the formulas, X^- represents an anionic group such as Cl^- , Br^- , NO_3^- , $1/2\text{SO}_4^{2-}$, or CH_3SO_4^- .

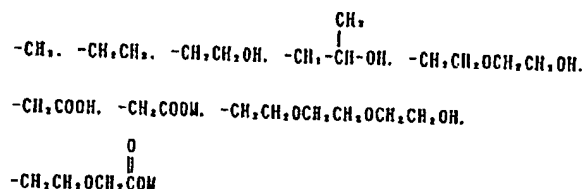
R^{16} , R^{17} : same or different straight-chain or branched-chain alkyl groups with carbon number 7-23 or alkenyl groups.)

[0044]

Examples of Z group contained in formula (IX) include the following groups, i.e.,

[0045]

[Structure 20]



(In the formula, M represents an alkali metal such as Na, K, or Li.)

[0046]

Examples of cationic cellulose of formula (IX) include the following, i.e., JR-125, JR-400, JR-30M (made by Union Carbide Japan,); Catinal HC-100, Catinal HC-200, Catinal LC-100, Catinal LC-200 (made by Toho Kagaku Kogyo); NK polymer (RE) (made by Nitto Kagaku Kogyo), and Gelner QL100 (made by Daicel Chemical Industries, Ltd.). It is preferred to complete the purpose of the present invention such that cationic cellulose viscosity is 20-5000 cps, especially 75-2000 cps, measured at 30°C using 2 wt% aqueous solution and using B-type viscometer (using No. 2 roter, No. 3 roter, or No. 4 roter at 60 rpm depending on viscosity).

[0047]

Softener composition

A liquid softener composition of the present invention can be made by either dissolving or dispersing the essential components including components (A), (B), and (C), if necessary and other optional components, in water. The content ratio of component (A) to component (B) to component (C) in a liquid softener composition of the present invention is suitably (component (A))/(component (B) + component (C)) = 99/1 to 50/50 (weight ratio), especially 98/2 to 65/35, and (component (A))/(component (C)) = 99/1 to 65/35 (weight ratio), especially 90/10 to 50/50. In the case of a content ratio of component (A) to component (B) to component (C) which is not included in the above-mentioned range, the desirable effects of the present invention can not be obtained.

[0048]

The entire content of components (A), (B), and (C) in a softener composition of the present invention is suitably 3-30 wt%, especially 4-25 wt%. If the entire content is less than 3 wt%, excessive amounts are used every time the softener composition is used. If the entire content is more than 30 wt%, excessively high viscosity of the softener composition is obtained, so that the composition does not easily come out from a bottle when the softener composition is used.

[0049]

In order to improve both dispersibility in water and shelf stability of a liquid softener composition of the present invention, an alkylene oxide (carbon number 2-3) adduct (adduct molar ratio 5-150 mol) of a straight-chain or branched-chain, saturated or unsaturated alcohol or amine with carbon number 10-24 (which is referred to as component (D) from now on) can be contained. The content of component (D) is suitably 1-100 wt% for the entire content of components (A), (B), and (C).

[0050]

In order to improve shelf stability of a liquid softener composition of the present invention, polyether compound or its derivative (which is referred to as component (E) from now on) made by adding ethylene oxide and, if necessary, propylene oxide and/or trimethylene oxide to compounds having 3 or more activated hydrogens, having the weight-average molecular weight of 5000-2,000,000, and containing 55 wt% or more of an oxyethylene group in the molecular weight, can be contained (0.1-5 wt%) in the softener composition.

[0051]

Straight-chain or branched-chain, saturated or unsaturated alcohol or fatty acid with carbon number 8-44, or an ester containing 1-4 alkyl groups with carbon number 10-24 per molecule can be contained in the liquid softener composition of the

present invention in amounts of 0.2-10 wt%, as an optional component.

[0052]

The following contained in a conventional softener for clothes, i.e., perfumes; pigments; silicone compounds; bactericides; solvents such as isopropyl alcohol, ethylene glycol, or propylene glycol; water-soluble salts such as sodium chloride, ammonium chloride, calcium chloride, or aluminum chloride, may be added to a liquid softener composition of the present invention. In order to improve dispersibility of component (A) in water, urea, urea derivatives (methyl ureate, ethyl ureate) or paratoluene sulfonate may be contained. Amounts added to a composition of the present invention are suitably 0-10 wt%.

[0053]

Components (A), (B), and (C), and other components can be combined in any order to make a liquid softener composition of the present invention. However, the components may be combined in the following order, i.e., component (A), which is maintained at the melting point or higher or the softening point or higher, is introduced into water or aqueous solution made by dissolving the above-mentioned component (D) in water which is maintained at 50 to 80°C, and stirred; then, aqueous solutions of components (B) and (C) are added, and continuously stirred; then, the mixture is cooled. Component (A) may be previously mixed with component (B), (C), or other components, then introduced. In

order to adjust the pH of the composition, an acidic or an alkaline substance can be added to a liquid softener composition of the present invention. In this case, the pH of a composition of the present invention is suitably 1.5-7.0, because of both viscosity and shelf stability.

[0054]

Effect of the invention

A liquid softener composition of the present invention can obtain no oiliness for fibers softened by high-concentration treatment, but softness for both natural and synthetic fibers.

[0055]

Application examples

In the following, application examples of the present invention are explained. However, the present invention is not specifically restricted by the application examples.

[0056]

Application Examples 1-13, Comparative Examples 1-10

Liquid softener compositions shown in Tables VI-VIII were made with component (A) or (A') shown in Table I, component (B) shown in Table II, component (C) or (C') shown in Table III, component (D) shown in Table IV, component (E) shown in Table V,

and other components shown in Tables VI through VIII. The compositions were made by introducing component (A) or (A') maintained at the melting point or higher or the softening point or higher, into water or aqueous solution, made by dissolving component (D) shown in Table IV in water, while water or the aqueous solution was heated at 50-80°C, then stirring, introducing component (B) and either component (C) or (C'), or other components to it, stirring, then cooling it. In the case of introducing component (E), it was introduced several minutes before cooling. In either case, hydrochloric acid was added to obtain pH 3.0.

[0057]

Both softness and oiliness of each produced liquid softener composition were evaluated by the following method. Results are shown in Tables VI through VIII.

[0058]

Evaluation of softness and oiliness

A commercial cotton towel, acrylic fibers, and polyester fibers were repeatedly washed 5 times using a commercial detergent "Attack" (made by Kao Corp.). After the detergent was removed from each cloth, each liquid softener composition made in the above-mentioned processes was used at 25°C for 1 h with bath ratio of 1/30 to treat each cloth in amounts of 0.15 wt% (based on conversion of entire component weight ((A) or (A')) + (B)

+ ((C) or (C')), using 3.5° DH hard water), each cloth was blow-dried in the room; then, each cloth was allowed to stand for 24 h in an isothermal and isohumid room (20°C, 65% RH). Both softness and oiliness of each cloth were evaluated.

[0059]

Both softness and oiliness were evaluated using a cloth treated with 0.15 wt% of di(cured tallow alkyl) dimethyl ammonium chloride alone, as a comparative cloth for each cloth. Evaluation was based on the following standard.

Softness: +2: softer than the comparative cloth
 +1: slightly softer than the comparative cloth
 0: same as the comparative cloth
 -1: the comparative cloth was slightly softer
 -2: the comparative cloth was softer
Oiliness: +2: the comparative cloth was more oily
 +1: the comparative cloth was slightly more oily
 0: same as the comparative cloth
 -1: slightly more oily than the comparative cloth
 -2: more oily than the comparative cloth

[0060]

Table I

① 記号	② 一般式	③ R ¹ 基の組成 ^③ (重量%)										④ R ¹ 基/ 糖基 ^④ (重量比率)	C	平均 縮合度 x	
		C ₁₀	C ₁₂	C ₁₄	C ₁₆	C ₁₈	C ₂₀	C ₂₂	C ₂₄	C ₂₆	C ₂₈				
A-1	(I)	0	0.5	1	2.4	0.02	95.8	0.05	0.03	0.2	99.9/0.1	76356基	⑥	1.27	
A-2	(I)	0	0	0.5	25.5	0.9	75.6	1	0	0.5	98.1/1.9	76379基	⑥	1.38	
A-3	(I)	0	0.5	1	2.4	0.02	95.8	0.05	0.03	0.2	99.9/0.1	76379基	⑦	1.27	
A'-1	(I)	0	0	1	10	1.5	59	28	0.5	0	70/30	76379基	⑧	1.27	
A'-2	(I)	0	0.5	1	2.4	0.02	95.8	0.05	0.03	0.2	99.9/0.1	76379基	⑦	1.5	
① 記号	② 一般式	③ R ² 基 (9)										④ R ² 基 (11)	C	y	
A-4	(II)	ペンタデシル基 ⑩										ペンタデシル基 ⑩	76379基	⑥	1.38
A-5	(III)	ペンタデシル基 ⑩										ペンタデシル基 ⑩	76379基	⑥	1.38
A-6	(IV)	ペンタデシル基 ⑩										⑫ トリデシル基	76379基	⑥	3.51

- Key: 1. Symbol
 2. Formula
 3. Composition of R¹ group (wt%)
 4. Alkyl group/alkenyl group (weight ratio)
 5. Average condensation degree
 6. Glucosyl group
 7. Galactosyl group
 8. N-Acetyl galactosamine residual group
 9. R² group
 10. Pentadecyl group
 11. R² group
 12. Tridecyl group

[0061]

(Note)

*1: C_a represents a straight-chain alkyl group with carbon number a. C_aF_b represents a straight-chain hydrocarbon group with carbon number a having b of double bonds.

*2: The weight ratio of an alkyl group or an alkenyl group was adjusted by fractionation and partial hydrogenation of alcohol originating from tallow.

[0062]

Table II

① 記号	(B) 成分 ②
B-1	$\begin{array}{c} R^{5-2}COOC_2H_5 \\ R^{6-2}COOC_2H_5 \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ N \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} CH_3 \\ CH_3 \end{array} \cdot Cl^-$ <p>(R⁵⁻², R⁶⁻²: パーム油由来脂肪酸残基) ③</p>
B-2	$\begin{array}{c} R^{5-3}CONHC_2H_5 \\ R^{6-3}COOC_2H_5 \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ N \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} CH_3 \\ CH_3 \end{array} \cdot Cl^-$ <p>(R⁵⁻³, R⁶⁻³: ステアリン酸残基) ④</p>
B-3	$\begin{array}{c} R^{5-4}CONHC_2H_5 \\ R^{6-4}COOC_2H_5 \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ N \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} H \\ CH_3 \end{array} \cdot Cl^-$ <p>(R⁵⁻⁴, R⁶⁻⁴: 硬化牛脂由来脂肪酸残基) ⑤</p>
B-4	$\begin{array}{c} R^{5-5}CONHC_2H_5 \\ R^{6-5}COOC_2H_5 \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ N \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} CH_3 \\ CH_3 \end{array} \cdot Cl^-$ <p>(R⁵⁻⁵, R⁶⁻⁵: 硬化パーム油由来脂肪酸残基) ⑥</p>
B-5	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ R^{5-2}COOCH-CH_2-N-CH_3 \cdot Cl^- \\ \\ R^{6-2}COOCH_3 \\ CH_3 \end{array}$ <p>(R⁵⁻², R⁶⁻²: 硬化牛脂由来脂肪酸残基) ⑦</p>
B-6	$\begin{array}{c} H_2C \\ \\ R^{11-6}-C \begin{array}{c} \diagup \\ N-CH_3 \\ \diagdown \\ N-CH_3 \end{array} \\ \\ C_2H_5OOC R^{12-6} \end{array} \cdot CH_3SO_3^-$ <p>(R¹¹⁻⁶, R¹²⁻⁶: オレイン酸残基) ⑧</p>
B-7	$\begin{array}{c} R^{11-6}-C \begin{array}{c} \diagup \\ N-CH_3 \\ \diagdown \\ N-CH_3 \end{array} \\ \\ C_2H_5OOC R^{12-6} \end{array} \cdot HCl$ <p>(R¹¹⁻⁶: 硬化牛脂由来脂肪酸残基, R¹²⁻⁶: 牛脂由来脂肪酸残基) ⑨</p>
B-8	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ CH_3(CH_2)_7CHCH_2OOCCH_2-N-CH_3 \cdot Cl^- \\ \\ (CH_3)_2CHCH_3 \end{array}$

- Key: 1 Symbol
 2 Component (B)
 3 (R⁵⁻², R⁶⁻²: Fatty acid residual group originating from palm oil)
 4 (R⁵⁻³, R⁶⁻³: Stearic acid residual group)
 5 (R⁵⁻⁴, R⁶⁻⁴: Fatty acid residual group originating from cured tallow)
 6 (R⁵⁻⁵, R⁶⁻⁵: Fatty acid residual group originating from cured palm oil)

- 7 (R⁹⁻², R¹⁰⁻²: Fatty acid residual group originating from cured tallow)
 8 (R¹¹⁻⁴, R¹²⁻⁴: Oleic acid residual group)
 9 (R¹¹⁻⁵: Fatty acid residual group originating from cured tallow, R¹²⁻⁵: fatty acid residual group originating from tallow)

[0063]

Table III

① 記号	(C) 成分 ②	窒素含量** ③	粘度** ④
C-1	JR-125 (2:2:1:1-A(FH)(R)H) ⑤	2.0	100
C-2	JR-400 (2:2:1:1-A(FH)(R)H) ⑤	2.0	350
C-3	JR-80M (2:2:1:1-A(FH)(R)H) ⑤	2.0	1200
C-4	Collanal HC-100 (HNC912(R)H) ⑥	1.2	350
C-5	Collanal HC-200 (HNC912(R)H) ⑥	1.5	1200
C-6	Collanal LC-100 (HNC912(R)H) ⑥	0.8	550
C-7	Collanal LC-200 (HNC912(R)H) ⑥	1.0	1800
C-8	NKポリマー (RE) (HNC912(R)H) ⑦	1.8	300
C-9	ジェルナー-Q L100 (F(H)A912(R)H) ⑧	0.5	350
C-10	ヒドロキシエチルメチルセル ロース SEW-047 ⑨ (HNC912(R)H) を特開平5-70501号公報の 実施例4記載の方法でF(H)A 912(R)Hに2:1の割合でカチオ ン化したもの	3.2	5000
C-11	HECダイセルSPS-80 (F(H)A912(R)H) ⑩	0	350

- Key: 1 Symbol
 2 Component (C)
 3 Nitrogen content
 4 Viscosity
 5 (Made by Union Carbide Japan)
 6 (Made by Toho Kagaku Kogyo)
 7 NK Polymer (RE) (Made by Nitto Kagaku Kogyo)
 8 (Made by Daicel Chemical Industries Ltd.)

- 9 Cationic hydroxyethylmethylcellulose SEW-04T made by Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. made cationic by a method described in Japanese Kokai Patent Application Hei 5[1993]-70501 (described in Application Example 4) using glycidyltrimethylammonium chloride
- 10 HEC Daicel SP500

[0064]

(Note)

*1: Measured by Kjeldahl method

*2: Measured by maintaining 2 wt% aqueous solution at 30°C, and using B-type viscometer with rotation of a roter of 60 rpm. In the case of viscosity of component (C) which was 500 cps or less, No. 2 roter was used. In the case of the viscosity which was 500-2000 cps, No. 3 roter was used. In the case of the viscosity which was 2000-10,000 cps, No. 4 was used.

[0065]

Table IV

① 記号	成分 (D) ②
D-1	ポリオキシエチレン(2066)ラウリルエーテル ③
D-2	ポリオキシエチレン(1518)オレイルエーテル ④
D-3	ポリオキシエチレン(3066)C ₁₂₋₁₄ 第2級アルコールエーテル ⑤
D-4	ポリオキシエチレン(2066)ステアシルアミン ⑥

Key: 1	Symbol
2	Optional component (D)
3	Polyoxyethylene (20 mol) lauryl ether
4	Polyoxyethylene (15 mol) oleyl ether
5	Polyoxyethylene (30 mol) C ₁₂₋₁₄ secondary alcohol ether
6	Polyoxyethylene (20 mol) stearylamine

[0066]

Table V

任意成分 (E) ①	
E-1	グリセリンのEO付加物 ② (MW 8,900)
E-2	グリセリンのPO/EO = 15/85 (モル比) 付加物 ③ (MW 10,000)
E-3	ソルビトールのPO/EO = 10/90 (モル比) 付加物 ④ (MW 15,000)
E-4	テトラエチレンペンタミンのPO/EO = 2/98 (モル比) 付加物 ⑤ (MW 20,000)
E-5	ポリエチレンイミン (MW 3,000) のPO/EO = 5/95 (モル比) 付加物 ⑥ (MW 300,000)

① 注)
EOはエチレンオキシド、POはプロピレンオキシドの略

Key: 1	Optional component (E)
2	Glycerin EO adduct
3	Glycerin PO/EO = 15/85 (molar ratio) adduct
4	Sorbitol PO/EO = 10/90 (molar ratio) adduct
5	Tetraethylenepentamine PO/EO = 2/98 (molar ratio) adduct
6	Polyethylene imine (MW 3,000) PO/EO = 5/95 (molar ratio) adduct
7	(Note) EO: ethylene oxide, PO: propylene oxide

品名	② 炭酸水素ナトリウム結晶の組成 (1) 中の数値は組成物中の重量%を示す						塩酸 性	分析 係	
	(A) 又は (A') 成分	(B) 成分	(C) 又は (C') 成分	(A), (A') (B), (B') 重量比 ⑥	(A), (A') (B), (B') 重量比 ⑥	任意成分 ⑦			その他の 成分 ⑧
1	A-1 (4.0)	B-2 (0.5)	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+2	+1
2	A-2 (4.0)	B-2 (0.5)	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+1	+2
3	A-3 (4.0)	B-2 (0.5)	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+2	+1
4	A-4 (4.0)	B-2 (0.5)	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+1	+1
5	A-5 (4.0)	B-2 (0.5)	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+1	+1
6	A-1 (4.0)	B-1 (1.5)	C-1 (2.0)	66.7/33.3	53.3/46.7	—	—	+2	+1
7	A-1 (12.0)	B-1 (1.5)	C-2 (1.0)	82.3/17.7	82.8/17.2	D-1 [1.0]	CaCl ₂ [0.02]	+1	+1
8	A-1 (12.0)	B-3 (1.5)	C-3 (1.0)	92.3/7.7	82.8/17.2	D-2 (1.5) E-5 (0.1)	MgCl ₂ [0.02]	+1	+2

- Key: 1 Application Example
2 Composition of softener (Number in the brackets [] represents wt% in the composition)
3 Component (A) or (A')
4 Component (B)
5 Component (C) or (C')
6 Weight ratio
7 Optional components
8 Other components
9 Softness
10 Oiliness

[0068]

Table VII

③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿										① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿	① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿
No	③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿								① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿	① ② ③ ④ ⑤ ⑥ ⑦ ⑧ ⑨ ⑩ ⑪ ⑫ ⑬ ⑭ ⑮ ⑯ ⑰ ⑱ ⑲ ⑳ ㉑ ㉒ ㉓ ㉔ ㉕ ㉖ ㉗ ㉘ ㉙ ㉚ ㉛ ㉜ ㉝ ㉞ ㉟ ㊱ ㊲ ㊳ ㊴ ㊵ ㊶ ㊷ ㊸ ㊹ ㊺ ㊻ ㊼ ㊽ ㊾ ㊿	
	(A)又は (A')成分	(B)成分	(C)又は (C')成分	(A),(A') (B),(B') 質量比⑥	(A),(A') (B),(B') 質量比⑥	任意成分	その他の 成分				
①	9	A-1 [12.0]	B-4 [1.5]	C-4 [1.0]	92.2/7.7	82.8/17.2	D-3 [1.5] E-4 [0.2]	CaCl ₂ [0.05]	+1	+1	
②	10	A-1 [12.0]	B-5 [1.5]	C-5 [1.0]	92.2/7.7	82.8/17.2	D-4 [1.5] E-2 [1.0]	Na ₂ SO ₄ [0.04]	+1	+1	
③	11	A-1 [12.0]	B-6 [0.5]	C-6 [1.0]	92.2/7.7	88.9/11.1	D-1 [1.0] E-1 [0.5]	2775673-4 [1.0]	0	+2	
④	12	A-6 [12.0]	B-7 [0.5]	C-7 [0.5] C-10[0.5]	92.2/7.7	88.9/11.1	E-3 [1.5]	CaCl ₂ [0.05]	+1	+1	
⑤	13	A-3 [12.0]	B-8 [0.5]	C-8 [0.5] C-9 [0.5]	92.2/7.7	88.9/11.1	—	CaCl ₂ [0.05]	+1	+2	
⑥	1	A-1 [4.0]	—	—	—	—	—	—	-2	+1	
⑦	2	—	B-1 [4.0]	—	—	—	—	—	+1	-2	
⑧	3	—	—	C-1 [4.0]	—	—	—	—	-2	+1	

- Key: 1 Application Example
2 Composition of softener composition (Number in the brackets [] represents wt% in the composition)
3 Component (A) or (A')
4 Component (B)
5 Component (C) or (C')
6 Weight ratio
7 Optional components
8 Other components
9 Softness
10 Oiliness
11 Comparative Example

[0069]

Table VIII

No.	柔軟仕上剤組成物の組成 ()内の数字は組成物中の重量%を示す								成収 性	付-7 感
	(A) 又は (A')成分	(B) 成分	(C) 又は (C')成分	(A), (A') (C), (C') 重量比	(A), (A') (B), (C), (C') 重量比	任意成分	その他の 成分			
①	—	B-1 (4.0)	C-1 (4.0)	—	—	—	—	+	+	-
5	A'-1 (4.0)	B-2 (0.5)	C-1 (1.0)	80/20	72.7/27.3	—	—	0	0	0
6	A'-2 (4.0)	B-2 (0.5)	C-1 (1.0)	80/20	72.7/27.3	—	—	0	0	0
7	A-1 (4.0)	B-2 (0.5)	C'-1 (1.0)	80/20	72.7/27.3	—	—	-	-	0
8	A-1 (2.0)	B-2 (2.0)	C-1 (2.0)	50/50	33.3/66.7	—	—	-	-	0
9	A-1 (1.0)	B-2 (3.0)	C-1 (2.0)	66.7/33.3	44.4/55.6	—	—	0	0	0
10	ジ硬化するアルキルジメチルアンモニウムクロライド (5.0)								0	0

- Key: 1 Comparative Example
 2 Composition of softener (Number in the brackets [] represents wt% in the composition)
 3 Component (A) or (A')
 4 Component (B)
 5 Component (C) or (C')
 6 Weight ratio
 7 Optional components
 8 Other components
 9 Softness
 10 Oiliness
 11 Di(cured tallow alkyl) dimethyl ammonium chloride

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-337971

(43)公開日 平成8年(1996)12月24日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

D 0 6 M 15/03
13/463

D 0 6 M 15/03

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 17 頁)

(21)出願番号 特願平7-144583

(22)出願日 平成7年(1995)6月12日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 白土 和隆

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研
究所内

(72)発明者 猪腰 淳一

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研
究所内

(72)発明者 坂口 明

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研
究所内

(74)代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54)【発明の名称】 液体柔軟仕上剤組成物

(57)【要約】

【目的】 繊維にグリージー感を与えず、有効に柔軟性を付与することができる液体柔軟仕上剤組成物の提供。

【構成】 (A) 式(Ⅰ)～(Ⅳ)で表される化合物と、
(B) 長鎖炭化水素基を有するアミンの酸塩又は第4級アンモニウム塩と、(C) 窒素原子含量 0.1～4重量%のカチオン化セルロースを含有し、各成分の重量割合が、
(A)/(B)+(C)=99/1～50/50、(A)/(C)=99/1～65/35である液体柔軟仕上剤組成物。

【化1】

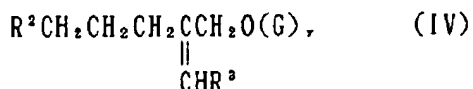
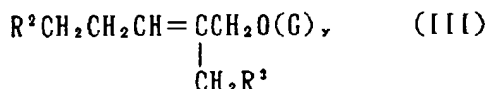
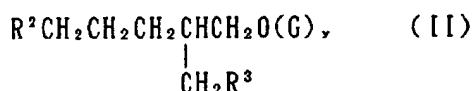
$$R^1O(G)_x \quad (I)$$
$$R^2CH_2CH_2CH_2CHCH_2O(G), \quad (II)$$
$$\quad \quad \quad |$$
$$\quad \quad \quad CH_2R^3$$
$$R^2CH_2CH_2CH=CHCH_2O(G), \quad (III)$$
$$\quad \quad \quad |$$
$$\quad \quad \quad CH_2R^3$$
$$R^2CH_2CH_2CH_2CCH_2O(G), \quad (IV)$$
$$\quad \quad \quad ||$$
$$\quad \quad \quad CHR^3$$
[R¹はアルキル基/アルケニル基=80/20～99.995/0.005(重量比)のC₁₀₋₁₄の直鎖アルキル基及びアルケニル基、R², R³はC₁₋₁₉の直鎖アルキル基又はアルケニル基、Gは5員環又は6員環構造を有するグリコシル基、xは1～3、yは1～5である。]

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の(A)成分、(B)成分、及び(C)成分を必須成分として含有し、(A)成分、(B)成分及び(C)成分の配合割合が、[(A)成分]/[(B)成分+(C)成分]=99/1~50/50(重量比)、[(A)成分]/[(C)成分]=99/1~65/35(重量比)であることを特徴とする液体柔軟仕上剤組成物。

[(A)成分]: 下記一般式(I)~(IV)で表される化合物から選ばれる1種又は2種以上。

【化1】



【式中、

R¹基: 炭素数10~24の直鎖のアルキル基とアルケニル基との混合基を示し、かつアルキル基とアルケニル基との重量比率が、アルキル基/アルケニル基=80/20~99.995/0.005である。

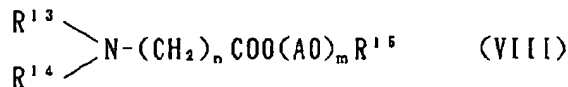
R², R³基: 同一又は異なって、炭素数7~19の直鎖のアルキル基又はアルケニル基を示す。

G: 5員環又は6員環構造を有するグリコシル基を示す。

x: 糖の平均縮合度を示す1~3の数である。

y: 糖の平均縮合度を示す1~5の数である。]

[(B)成分]: 下記一般式(V)~(VIII)で表される化合物の酸塩又は第4級アンモニウム塩から選ばれる1*



【式中、

R¹³, R¹⁴: 同一又は異なって、炭素数1~5のアルキル基又はヒドロキシアルキル基を示す。

R¹⁵: 直鎖又は分岐鎖の炭素数20~44のアルキル基又はアルケニル基を示す。

A: 炭素数2~3のアルキレン基を示し、炭素数2のアルキレン基と炭素数3のアルキレン基は混合していてもよい。

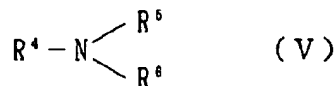
m: 0~20の数を示す。

n: 1~6の数を示す。]

[(C)成分]: ケルダール(Kjeldahl)法により測定

*種又は2種以上。

【化2】

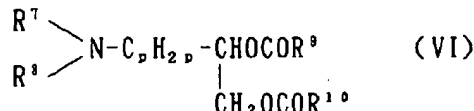


【式中、

R⁴: 炭素数1~4のアルキル基又はヒドロキシアルキル基を示す。

R⁵, R⁶: 同一又は異なって、-COO-結合又は-CONH-結合で中断していてもよい、直鎖又は分岐鎖の炭素数12~32のアルキル基又はアルケニル基を示す。]

【化3】



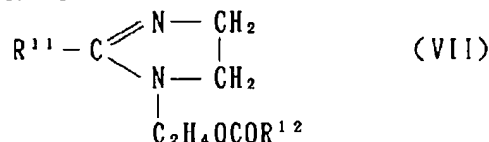
【式中、

R⁷, R⁸: 同一又は異なって、炭素数1~4のアルキル基又はヒドロキシアルキル基を示す。

R⁹, R¹⁰: 同一又は異なって、直鎖又は分岐鎖の炭素数11~31のアルキル基又はアルケニル基を示す。

p: 1~10の数を示す。]

【化4】



【式中、

R¹¹: -COO-結合又は-CONH-結合で中断していてもよい、直鎖又は分岐鎖の炭素数11~31のアルキル基又はアルケニル基を示す。

R¹²: 直鎖又は分岐鎖の炭素数11~31のアルキル基又はアルケニル基を示す。]

【化5】

された窒素原子の含量が0.1~4重量%であるカチオン化セルロース。

【請求項2】 一般式(I)~(IV)中のGがアラビノシル基、リキソシル基、リボシル基、キシロシル基、ガラクトシル基、グルコシル基、マンノシル基、マルトシル基、キシロビオシル基、イソマルトシル基、セロビオシル基、ゲンチビオシル基、ラクトシル基、スクロシル基、ニゲロシル基、ツラノシル基、ラフィノシル基、ゲンチアノシル基、メレジットシル基から選ばれる1種又は2種以上であることを特徴とする請求項1記載の液体柔軟仕上剤組成物。

【請求項3】 一般式(Ⅰ)～(Ⅳ)中のGがヘキサミン類残基、N-アセチル化ヘキサミン類残基から選ばれる1種又は2種以上であることを特徴とする請求項1記載の液体柔軟仕上剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、各種繊維に対し、優れた柔軟性及び帯電防止性を付与することができる衣料用の液体柔軟仕上剤組成物に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】衣料は着用及び洗濯を繰り返し行う間に、繊維処理剤が洗い落とされたり、あるいは繊維自体の劣化により硬くなったたりして、好ましくない風合を生じる。そのため、近年、多くの家庭において、繊維に柔軟性、帯電防止性を付与することができる柔軟仕上剤が使用されている。現在、家庭用柔軟仕上剤として市販されているものは、その殆どが一分子中に1～2個の長鎖アルキル基と第4級アンモニウム基とを有するカチオン性界面活性剤(以下、第4級アンモニウム塩と言う)、とりわけジ(硬化牛脂アルキル)ジメチルアンモニウム塩を主成分とするものである。

【0003】これら柔軟仕上剤による柔軟効果は繊維表面上に吸着した基剤分子中の親油性部位による潤滑効果によって繊維表面の摩擦係数が下がり、発現するものであるが、優れた柔軟効果を有する柔軟基剤はどうしても処理衣料布にべたつき感、いわゆるグリージー(Greasy)感を与えてしまう。このグリージー感の程度は繊維の種類や編み方等により異なるが、直接肌に接するアンダーウェア、例えば木綿メリヤス編み着、ナイロントリコットスリッパ、あるいは手が直接触れ、その風合が敏感に感じとられるタオル等では柔軟処理によりグリージー感がする、又は極端には油っぽくなる(oilyとなる)などといった問題があった。また、柔軟仕上剤の処理濃度が高くなると、柔軟効果は増すものの、このグリージー感が一層増してきてしまい、従来の第4級アンモニウム塩を使用した柔軟仕上剤組成物では柔軟効果とグリージー感は相関関係にあるものと考えられてきた。

【0004】このような状況のもとで、第4級アンモニウム塩と種々の添加剤を併用する柔軟仕上剤組成物、例えば非環式第4級アンモニウム塩、特定のポリ第4級アンモニウム塩及びノニオン性化合物を含む柔軟仕上剤(特公昭60-47384号公報)；第4級アンモニウム塩、カチオン性ポリアミド及び脂肪酸グリセリドを含む柔軟仕上剤(特開昭63-282372号公報)；第4級アンモニウム塩、脂肪酸(塩)及びグリセリドを含む柔軟仕上剤(特開昭63-295764号公報)等が提案されている。しかしながら、これらの柔軟仕上剤組成物が第4級アンモニウム塩を有効成分とする限り、種々の添加剤を併用しても、前記の如きグリージー感を充

分解することができず、特に、これらの柔軟仕上剤組成物を比較的高濃度で処理すると、顕著に不快感を与えるという問題があった。

【0005】従って、本発明の目的は、高濃度処理においても柔軟処理繊維にグリージー感を与えず、且つ天然繊維及び合成繊維の双方に有効に柔軟性を付与することができる、洗濯槽におけるすすぎ浴中で使用する液体柔軟仕上剤組成物を提供することにある。

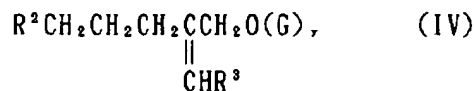
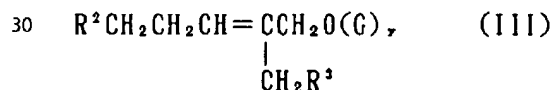
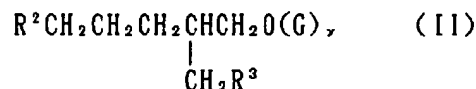
【0006】

- 10 【課題を解決するための手段】上記のような実情において、本発明者らは上記課題を解決するため鋭意検討の結果、極めて選択された成分を組み合わせることにより、上記目的を達成し得ることを見出し、本発明を完成した。即ち本発明は、下記の(A)成分、(B)成分、及び(C)成分を必須成分として含有し、(A)成分、(B)成分及び(C)成分の配合割合が、[(A)成分]/[(B)成分+(C)成分]=99/1～50/50(重量比)、[(A)成分]/[(C)成分]=99/1～65/35(重量比)であることを特徴とする液体柔軟仕上剤組成物を提供するものである。

20 [(A)成分]：下記一般式(Ⅰ)～(Ⅳ)で表される化合物から選ばれる1種又は2種以上。

【0007】

〔化6〕



【0008】〔式中、

40 R^1 基：炭素数10～24の直鎖のアルキル基とアルケニル基との混合基を示し、かつアルキル基とアルケニル基との重量比率が、アルキル基/アルケニル基=80/20～99.995/0.005である。

R^4 , R^5 基：同一又は異なって、炭素数7～19の直鎖のアルキル基又はアルケニル基を示す。

G：5員環又は6員環構造を有するグリコシル基を示す。

x：糖の平均縮合度を示す1～3の数である。

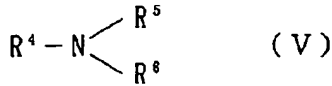
y：糖の平均縮合度を示す1～5の数である。〕

〔(B)成分〕：下記一般式(V)～(VIII)で表される化合物の酸塩又は第4級アンモニウム塩から選ばれる1種又は2種以上。

5

【0009】

【化7】



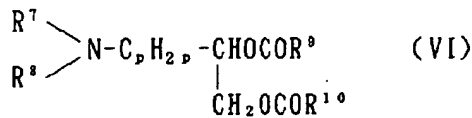
【0010】〔式中、

R^4 ：炭素数1～4のアルキル基又はヒドロキシアルキル基を示す。

R^5, R^6 ：同一又は異なって、 $-\text{COO}-$ 結合又は $-\text{CONH}-$ 結合で中断していてもよい、直鎖又は分岐鎖の炭素数12～32のアルキル基又はアルケニル基を示す。]

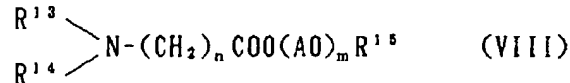
【0011】

【化8】



【0012】〔式中、

R^7, R^8 ：同一又は異なって、炭素数1～4のアルキル基又は



【0016】〔式中、

$\text{R}^{13}, \text{R}^{14}$ ：同一又は異なって、炭素数1～5のアルキル基又はヒドロキシアルキル基を示す。

R^{15} ：直鎖又は分岐鎖の炭素数20～44のアルキル基又はアルケニル基を示す。

A：炭素数2～3のアルキレン基を示し、炭素数2のアルキレン基と炭素数3のアルキレン基は混合していてもよい。

m：0～20の数を示す。

n：1～6の数を示す。]

〔(C)成分〕：ケルダール(Kjeldahl)法により測定された窒素原子の含量が0.1～4重量%であるカチオン化セルロース。

【0017】以下、本発明について詳細に説明する。

〔(A)成分〕本発明の(A)成分としては、一般式

(I)で表される直鎖のアルキル基及びアルケニル基を有するアルキルグリコシド、又は一般式(II)～(IV)で表される分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有するアルキル又はアルケニルグリコシドから選ばれる1種又は2種以上が使用される。

【0018】一般式(I)において、 R^1 基は炭素数10～24の直鎖のアルキル基とアルケニル基との混合基を示すが、このアルキル基とアルケニル基との重量比率は、アルキル基/アルケニル基=80/20～99.995/0.005であり、好ましくは95/5～99.99/0.01、特に好ましくは98/2～99.99/0.01である。アルキル基とアルケニル基との重量比率が80/20より小さい場合には、累積処理された衣料からグリージー感を感じられないが、衣料の

6

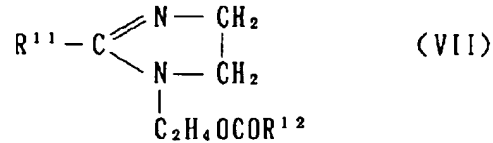
*はヒドロキシアルキル基を示す。

$\text{R}^9, \text{R}^{10}$ ：同一又は異なって、直鎖又は分岐鎖の炭素数11～31のアルキル基又はアルケニル基を示す。

p：1～10の数を示す。]

【0013】

【化9】



【0014】〔式中、

R^{11} ： $-\text{COO}-$ 結合又は $-\text{CONH}-$ 結合で中断していてもよい、直鎖又は分岐鎖の炭素数11～31のアルキル基又はアルケニル基を示す。

R^{12} ：直鎖又は分岐鎖の炭素数11～31のアルキル基又はアルケニル基を示す。]

【0015】

【化10】

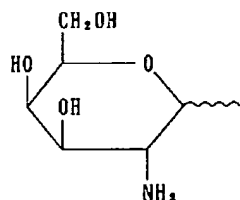
柔軟性が低下してしまう。また、99.995/0.005より大きい場合には、衣料に柔軟性を付与することはできるが、高濃度処理に伴いグリージー感を感じるようになる。

【0019】また、一般式(I)において、 R^1 で示されるアルキル基及びアルケニル基のうち、炭素数14～18のアルキル基及びアルケニル基の割合は、全アルキル基及びアルケニル基の合計量に対して90重量%以上であることが好ましく、さらに好ましくは95重量%以上である。90重量%より低い場合には、柔軟仕上剤組成物の保存安定性が悪くなる。一般式(I)において、 R^1 で示されるアルキル基及びアルケニル基の由来としては、牛脂、豚脂、バーム油等の天然油脂由来のアルキル基及びアルケニル基や、炭素数10～24の合成アルコール由来のアルキル基及びアルケニル基が挙げられ、また、必要に応じて、分留、蒸留、トップカット等によりアルキル鎖長を調節することもできる。

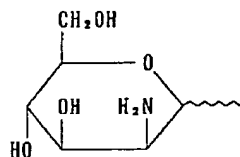
【0020】一般式(I)におけるxは糖の平均縮合度を示し、NMR法によって求めることができる。グリージー感減少の点からxは1～3であり、好ましくは1～2、特に好ましくは1以上1.5未満、最も好ましくは1以上1.4未満である。一般式(I)において、Gは5員環又は6員環構造を有するグリコシル基を示す。また(G)_xで示される糖鎖の結合様式は、1,2、1,3、1,4もしくは1,6-結合、α-もしくはβ-ピラノシド結合又はフラノシド結合のいずれか又はこれらの組み合わせである。更に、一般式(I)中のGは原料である単糖又は多糖によってその構造が決定されるが、例えば、アラビ

ノシル基、リキソシル基、リボシル基、キシロシル基、ガラクトシル基、グルコシル基、マンノシル基、マルトシル基、キシロビオシル基、イソマルトシル基、セロビオシル基、ゲンチビオシル基、ラクトシル基、スクロシル基、ニゲロシル基、ツラノシル基、ラフィノシル基、ゲンチアノシル基、メレジットシル基等や、下記式で表されるガラクトサミン残基、グルコサミン残基、マンノサミン残基等のヘキソサミン類残基、N-アセチル化ガ*

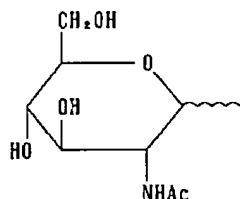
ガラクトサミン残基



マンノサミン残基



N-アセチル化グルコサミン残基



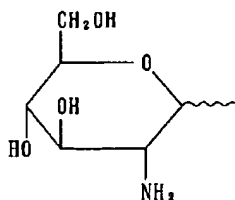
【0022】

*ラクトサミン残基、N-アセチル化グルコサミン残基等のN-アセチル化ヘキソサミン類残基や、ノイラミン酸残基、シアル酸残基(N-アセチル化ノイラミン酸残基)、ムラミン酸残基等の含窒素ケトカルボン酸類残基から選ばれる1種又は2種以上が挙げられる。

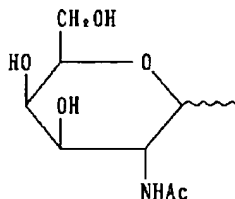
【0021】

【化11】

グルコサミン残基



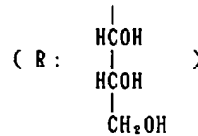
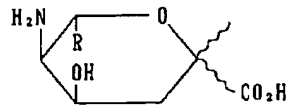
N-アセチル化ガラクトサミン残基



【化12】

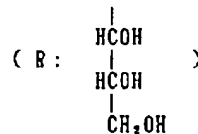
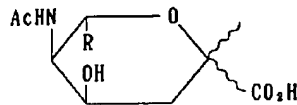
9

ノイラミン酸残基

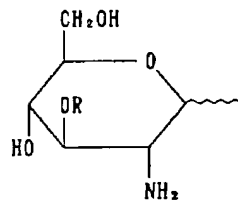


10

シアル酸残基 (N-アセチル化ノイラミン酸残基)



ムラミン酸残基



【0023】これらの中で好ましいものは、グルコシル基、マンノシル基、ガラクトシル基、マルトシル基、スクロシル基、又はガラクトサミン残基、N-アセチル化ガラクトサミン残基、グルコサミン残基、N-アセチル化グルコサミン残基、マンノサミン残基、ノイラミン酸残基、シアル酸残基 (N-アセチル化ノイラミン酸残基)、ムラミン酸残基等の残基である。

【0024】一般式 (II) ~ (IV) で表されるアルキル又はアルケニルグリコシドは一般式 (I) で表されるアルキルグリコシドとは異なり、分岐した長鎖炭化水素基を有していることが特徴である。一般式 (II) ~ (IV) において、R¹及びR²基は同一又は異なって、炭素数7~19の直鎖アルキル基又はアルケニル基を示すが、一般式 (I) におけるR¹基とは異なり、R¹、R²基中にしめるアルキル基、アルケニル基の割合は特に限定されない。

【0025】一般式 (II) ~ (IV) において、(R¹基、R²基)の好ましい例として、(R¹基) = (R²基) = 炭素数9~19の直鎖のアルキル基、シス-6-ペンタデセニル基、トランス-6-ペンタデセニル基、(R¹基、R²基) = (ペンタデシル基、トリデシル基)、(ペンタデシル基、ウンデシル基)、(ペンタデシル基、ノニル基)、(トリデシル基、ペンタデシル基)、(ウンデシル基、ペンタデシル基)、(ノニル基、ペンタデシル基)、(ペンタデシル基、シス-6-ペンタデセニル基)、(ペンタデシル基、トランス-6-ペンタデセニル基)、(シス-6-ペンタデセニル基、ペンタデシル基)、(トランス-6-ペンタデセニル基、ペンタデシル基)等が挙げられる。さらに好ましくは、(R¹基) =

(R²基) = 炭素数11~15の直鎖のアルキル基、又は(R¹基、R²基) = (ペンタデシル基、トリデシル基)、(ペンタデシル基、ウンデシル基)、(トリデシル基、ペンタデシル基)、(ウンデシル基、ペンタデシル基)である。

【0026】一般式 (II) ~ (IV) における、分岐した長鎖炭化水素基の由来としては、牛脂、バーム油、バーム核油、ヤシ油、魚油、豚脂、オリーブ油、ナタネ油、ヒマシ油等の天然油脂由来の炭化水素基や、分岐した長鎖炭化水素基を有する合成アルコール由来の炭化水素基が挙げられる。

【0027】一般式 (II) ~ (IV) におけるyは糖の平均縮合度を示し、NMR法によって求めることができる。グリージー感減少の点からyは1~5であり、好ましくは1~3、特に好ましくは1~2、最も好ましくは1以上1.4未満である。一般式 (II) ~ (IV) における、(G)₁で示される糖鎖の結合様式は、1,2、1,3、1,4もしくは1,6-結合、α-もしくはβ-ピラノシド結合又はフラノシド結合のいずれか又はこれらの組み合わせである。更に、一般式 (II) ~ (IV) 中のGは、一般式 (I) 中のGと同様、原料である単糖又は多糖によってその構造が決定され、上記一般式 (I) 中のGとして例示した単糖又は多糖残基が挙げられるが、好ましくはグルコシル基、マンノシル基、ガラクトシル基、マルトシル基、スクロシル基、又は上記式で表されるガラクトサミン残基、N-アセチル化ガラクトサミン残基、グルコサミン残基、N-アセチル化グルコサミン残基、マンノサミン残基、ノイラミン酸残基、シアル酸残基 (N-

30

40

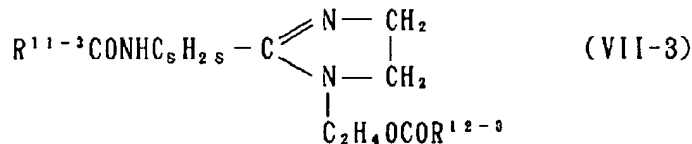
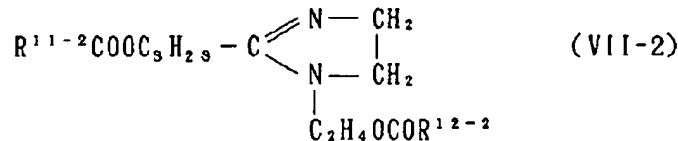
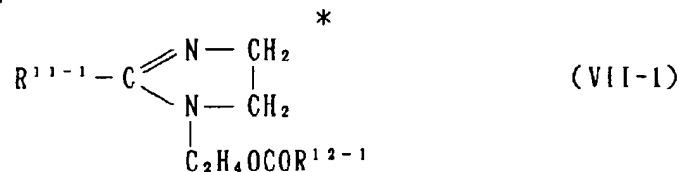
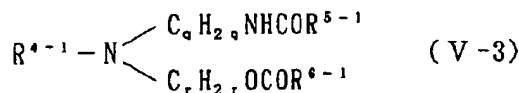
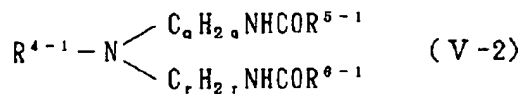
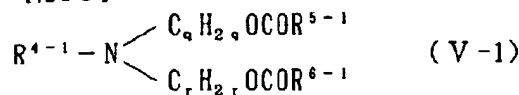
50

アセチル化ノイラミン酸残基)、ムラミン酸残基等の残基である。一般式(I)~(IV)で表される化合物のうちでは、一般式(I)もしくは(II)で表される化合物が柔軟性の点でより好ましい。

【0028】(B)成分)本発明の(B)成分としては、上記一般式(V)~(VII)で表される化合物の酸塩又は第4級アンモニウム塩から選ばれる1種又は2種以上が使用される。上記一般式(V)で表される化合物として好ましいものは、下記一般式(V-1)~(V-3)で表される化合物である。

【0029】

【化13】



【0034】(式中、

$R^{11-1}, R^{11-2}, R^{11-3}, R^{12-1}, R^{12-2}, R^{12-3}$:同一又は異なって、直鎖又は分岐鎖の炭素数11~23のアルキル基又はアルケニル基を示す。

s : 2~5の数を示す。]

*【0030】(式中、

R^{1-1} :炭素数1~4のアルキル基又はヒドロキシアルキル基を示す。

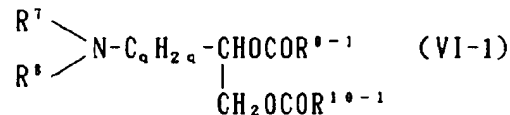
R^{1-1}, R^{2-1} :同一又は異なって、直鎖又は分岐鎖の炭素数13~21のアルキル基又はアルケニル基を示す。

q, r :同一又は異なって、1~3の数を示す。]

上記一般式(VI)で表される化合物として好ましいものは、下記一般式(VI-1)で表される化合物である。

【0031】

10 【化14】



【0032】(式中、

R^7, R^8, q :前記の意味を示す。

R^{8-1}, R^{9-1} :同一又は異なって、直鎖又は分岐鎖の炭素数13~21のアルキル基又はアルケニル基を示す。]

上記一般式(VII)で表される化合物として好ましいものは、下記一般式(VII-1)~(VII-3)で表される化合物である。

【0033】

【化15】

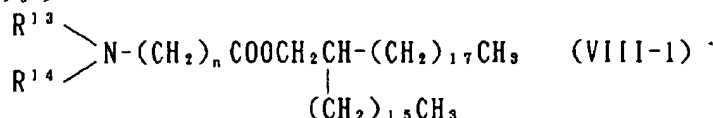
*

※上記一般式(VIII)で表される化合物として好ましいものは、下記一般式(VIII-1)で表される化合物である。

【0035】

【化16】

※



【0036】〔式中、 R^1, R^2, n ：前記の意味を示す。〕

本発明の(B)成分は上記の一般式(V)～(VIII)で表される化合物を酸で中和するか、あるいは4級化剤で4級化することにより得られる。中和に用いる酸としては、塩酸、硫酸、リン酸、硝酸等の無機酸、グリコール酸等の炭素数1～5の有機酸が使用できる。好ましくは塩酸、硫酸、グリコール酸である。また、4級化剤としては、塩化メチル、臭化メチル、ジメチル硫酸、ジエチル硫酸、エチレンオキシド、プロピレンオキシド等が使用でき、好ましくは塩化メチル、ジメチル硫酸、エチレンオキシドである。

【0037】本発明の(B)成分の中では、一般式(V)、(VI)又は(VIII)で表される化合物が好ましく、更に一般式(V)又は(VIII)で表される化合物が柔軟性の点で好ましい。また、一般式(V)で表される化合物の中では一般式(V-1)又は(V-3)で表される化合物が好ましく、特に一般式(V-3)で表される化合物が柔軟性の点で好ましい。

【0038】〔(C)成分〕本発明の(C)成分としては、ケルダール(Kjeldahl)法により測定された窒素原子の含量が0.1～4重量%であるカチオン化セルロースが使用される。このカチオン化セルロースとは第4級窒素原子を含有し、無水グルコースを構成単位とした水溶性の重合体を言う。かかるカチオン化セルロースとしては、下記一般式(IX)で表される化合物が挙げられる。

【0039】 $E[-OH]_t, [-OY]_u, [-OZ]_v$ (IX)
〔式中、

E基：セルロースより全てのアルコール性水酸基を除いた残基を示す。

$[-OH]$ 基、 $[-OY]$ 基、 $[-OZ]$ 基：それぞれセルロースより除かれた水酸基が結合していた炭素原子においてE基と結合する基を示す。ここで、Y基は第4級窒素原子を含有する基を示し、Z基は第4級窒素原子を含有しない総炭素数1～10の置換基を示す。

t, u, v: 0以上の数を示し、 $t+u+v$ はセルロースの水酸基の総数を示す。但し、uはカチオン化セルロースにおける窒素原子がカチオン化セルロース分子中に占める含量(ケルダール法による)が0.1～4重量%となるように選択される。〕

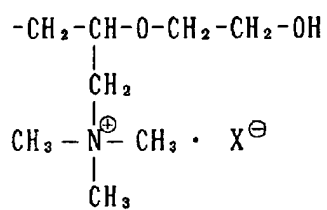
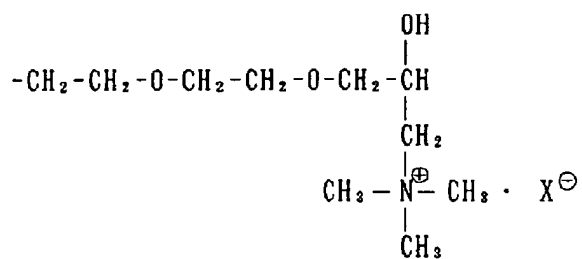
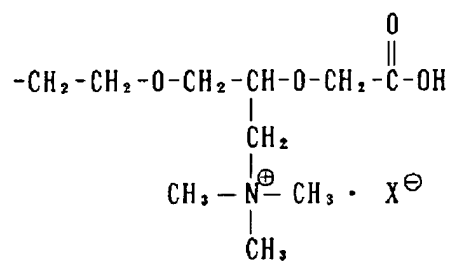
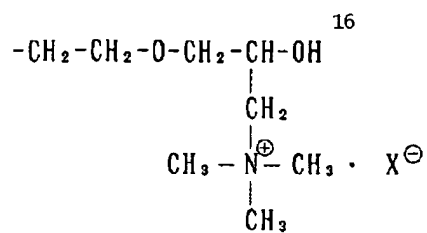
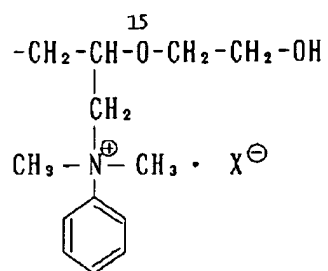
本発明で用いられるカチオン化セルロースは、ケルダール(Kjeldahl)法により測定された窒素原子の含量(以下、窒素原子含量と言う)が一分子中0.1～4重量%、好ましくは0.5～3.5重量%、さらに好ましくは1～3重量%である。窒素原子含量が0.1～4重量%の範囲を外れる(C)成分を使用した場合、得られる液体柔軟仕上剤組成物において、本発明が所望する柔軟効果が得られない。

【0040】本発明において使用されるカチオン化セルロースの製造法については特に限定されないが、例えば特公昭45-20318号公報、又は特開昭56-62801号公報、特公昭59-42681号公報等記載の方法により得ることができる。一般式(IX)におけるY基として、例えば次のような基が例示される。

【0041】
〔化17〕

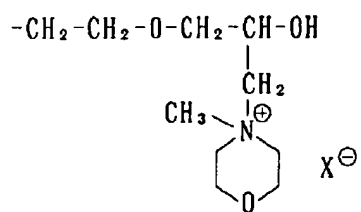
(9)

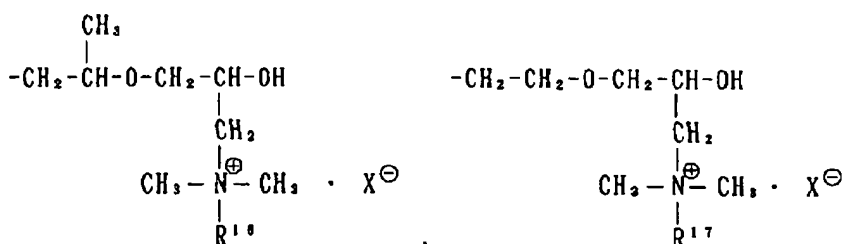
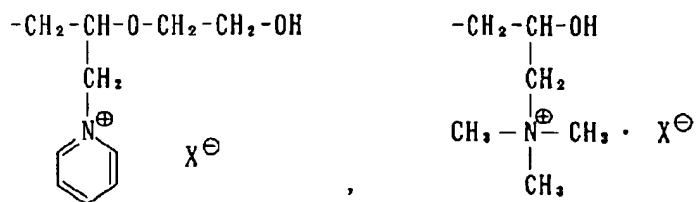
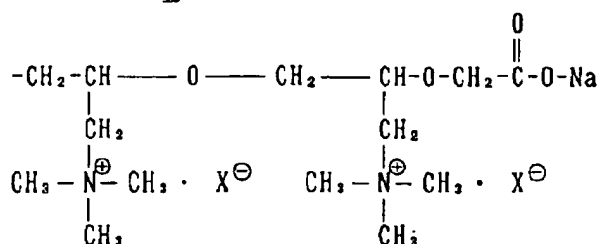
特開平8-337971



【0042】

【化18】



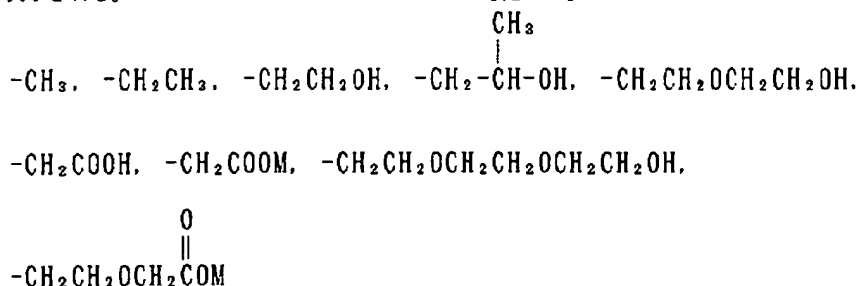


〔式中、 X^- ： Cl^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 $\frac{1}{2}\text{SO}_4^{2-}$ 、 CH_3SO_3^- 等の陰イオン基を示す。〕

R^{16} 、 R^{17} ：同一又は異なって、直鎖又は分岐鎖の炭素数7～23のアルキル基又はアルケニル基を示す。〕

【0044】一般式(IX)におけるZ基として、例えば次のような基が例示される。

*【0045】
*【化20】



〔式中、MはNa、K、Li等のアルカリ金属を示す。〕

【0046】一般式(IX)で表されるカチオン化セルロースの具体例として、例えばJR-125、JR-400、JR-30M（以上、ユニオンカーバイド日本（株）の商標）、Catinal HC-100、Catinal HC-200、Catinal LC-100、Catinal LC-200

0（以上、東邦化学工業（株）の商標）、NKポリマー（RE）（日東化学工業（株）の商標）、ジェルナーQ L100（ダイセル化学工業（株）の商標）等が挙げられる。また、本発明においては、カチオン化セルロースとして、30℃、2重量%水溶液をB型粘度計（粘度に依

じて、No.2ロータ、No.3ロータ、No.4ロータを使用。60rpm)で計測した粘度が20~5000cps、さらには75~2000cpsのものを使用することが、本発明の目的を達成するために好ましい。

【0047】〔柔軟仕上剤組成物〕本発明の液体柔軟仕上剤組成物は、必須成分である(A)成分、(B)成分及び(C)成分、必要に応じて他の任意成分を水中に溶解又は分散させることにより得られる。本発明の液体柔軟仕上剤組成物中の(A)、(B)及び(C)成分の配合割合は、 $[(A)成分]/[(B)成分+(C)成分]=99/1\sim 50/50$ (重量比)、好ましくは $98/2\sim 65/35$ であり、 $[(A)成分]/[(C)成分]=99/1\sim 65/35$ (重量比)、好ましくは $90/10\sim 50/50$ である。(A)、(B)及び(C)成分の配合割合が上記範囲を外れる場合、本発明において所望する効果が得られない。

【0048】また、本発明の柔軟仕上剤組成物中の、(A)、(B)及び(C)成分の合計含有量は3~30重量%が好ましく、4~25重量%が更に好ましい。この合計含有量が3重量%を下回る場合には、柔軟仕上剤組成物を使用する場合、一回当たりの使用量が多すぎ使用勝手が悪くなり、30重量%を上回る場合には、柔軟仕上剤組成物の粘度が高くなり、柔軟仕上剤組成物の使用時、ボトルから出にくいなどのトラブルを生じる。

【0049】さらに本発明の液体柔軟仕上剤組成物は、水中の分散性、保存安定性を向上させるために、炭素数10~24の直鎖又は分枝鎖の飽和又は不飽和のアルコール又はアミンのアルキレンオキシド(炭素数2~3)付加物(付加モル数5~150モル)(以下(D)成分と略記)を配合することができる。この(D)成分の配合量は、(A)成分、(B)成分及び(C)成分の合計量に対して1~100重量%の割合が好ましい。

【0050】更に本発明の液体柔軟仕上剤組成物は、保存安定性を向上させるために、活性水素を3個以上有する化合物にエチレンオキシドと必要によりプロピレンオキシド及び/又はトリメチレンオキシドが付加してなり、重量平均分子量が5,000~2,000,000であり、分子量中に占めるオキシエチレン基部分の割合が55重量%以上であるポリエーテル化合物又はその誘導体(以下(E)成分と略記)を柔軟仕上剤組成物中0.1~5重量%配合することができる。

【0051】更に、本発明の液体柔軟仕上剤組成物には、任意成分として、炭素数8~44の直鎖又は分枝鎖の飽和又は不飽和アルコール、又は脂肪酸、あるいは炭素数10~24のアルキル基を分子内に1~4個有するエステルを組成物中0.2~10重量%配合することができる。

【0052】また、本発明の液体柔軟仕上剤組成物には、通常の衣料用柔軟仕上剤に配合されている香料、色素、シリコン化合物、抗菌剤、イソプロピルアルコール、エチレングリコール、プロピレングリコールなどの

溶剤や、食塩、塩化アンモニウム、塩化カルシウム、塩化アルミニウムなどの水溶性塩を添加してもよい。また、(A)成分の水に対する分散性をより向上させるため、尿素、尿素誘導体(メチル尿素、エチル尿素)、パラトルエンスルホン酸等を配合してもよい。その添加量は本発明組成物中に0~10重量%である。

【0053】本発明の液体柔軟仕上剤組成物において、(A)成分、(B)成分、(C)成分及び他の成分の配合手順は特に問わないが、一般的には、水、又は水に前述の(D)成分を溶解させた水溶液を50~80℃に維持しつつ、この中へ融点又は軟化点より高い温度に維持した(A)成分を投入し、攪拌し、次いで(B)成分及び(C)成分の水溶液を添加し、攪拌を継続した後、冷却すればよい。また、(A)成分は、(B)成分、(C)成分又は他の成分と前もって混合して投入しても良い。また、本発明の液体柔軟仕上剤組成物には、更に組成物のpHを調整するために、酸性又はアルカリ性の物質を添加することができる。この場合、本発明組成物のpHが1.5~7.0の範囲になるように調整することが、組成物の粘度、保存安定性の点から好ましい。

【0054】

〔発明の効果〕本発明の液体柔軟仕上剤組成物によれば、高濃度処理においても柔軟処理繊維にグリージー感を与えず、且つ天然繊維及び合成繊維の双方に、有効に柔軟性を付与することができる。

【0055】

〔実施例〕以下、本発明の実施例を示し、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0056】実施例1~13及び比較例1~10
表1に示す(A)又は(A')成分、表2に示す(B)成分、表3に示す(C)又は(C')成分、表4に示す(D)成分及び表5に示す(E)成分、更に表6~8に示すその他の成分を使用して、表6~8に示す液体柔軟仕上剤組成物を調製した。組成物は、水、又は水に表4に示す(D)成分を溶解させた水溶液を50~80℃に加熱しつつ、その中へ融点又は軟化点より高い温度に維持した(A)又は(A')成分を投入し、攪拌し、次いで(B)成分、及び(C)又は(C')成分、あるいはその他の成分を投入し、攪拌を継続した後、冷却して得た。(E)成分を投入する場合には、冷却の数分前に添加した。尚、いずれの場合にも、塩酸を添加して組成物のpHを3.0に調整した。

【0057】得られた柔軟仕上剤組成物について以下の方法で柔軟性及びグリージー感の評価を行った。その結果を表6~8に示す。

【0058】〔柔軟性及びグリージー感の評価〕市販の木綿タオル、アクリル繊維、ポリエステル繊維を市販洗剤“アタック”(花王株式会社製、登録商標)にて5回繰り返し洗濯をし、布についている洗剤を除去した後、

上記で調製した液体柔軟仕上剤組成物を布に対して0.15重量% (〔(A)又は(A')〕 + (B) + 〔(C)又は(C')〕成分合計の重量換算、3.5° DH硬水使用) に

て25℃、浴比1/30で1分間攪拌下で処理した後、室内で風乾後、20℃、65% RHの恒温恒湿室にて24時間放置した。これらの布について柔軟性及びグリージー感の評価を行った。

【0059】柔軟性及びグリージー感の評価は、ジ硬化牛脂アルキルジメチルアンモニウムクロリド単独を布に対して0.15重量%にて処理した布を対照にして一対比較を行った。評価は次の基準で行った。

柔軟性：+2 対照より柔らかい

+1 対照よりやや柔らかい

0 対照と同じ

-1 対照の方がやや柔らかい

-2 対照の方が柔らかい

グリージー感：+2 対照の方がグリージーである

+1 対照の方がややグリージーである

0 対照と同じである

-1 対照よりややグリージーである 20

-2 対照よりグリージーである

【0060】

*

記 号	一般式	R ¹ 基 の 組 成 ^{*1} (重量%)									744基/ 744基 ^{*2}	G	平 均 結合度 x
		C ₁₀	C ₁₂	C ₁₄	C ₁₆	C ₁₈ F ₁	C ₁₈	C ₁₈ F ₁	C ₁₈ F ₂	C ₂₀	(重量比率)		
A-1	(I)	0	0.5	1	2.4	0.02	95.8	0.05	0.03	0.2	99.9/0.1	アルキル基	1.27
A-2	(I)	0	0	0.5	26.5	0.9	75.6	1	0	0.5	98.1/1.9	アルキル基	1.38
A-3	(I)	0	0.5	1	2.4	0.02	95.8	0.05	0.03	0.2	99.9/0.1	アラキル基	1.27
A'-1	(I)	0	0	1	10	1.5	59	28	0.5	0	70/30	アルキル基	1.27
A'-2	(I)	0	0.5	1	2.4	0.02	95.8	0.05	0.03	0.2	99.9/0.1	アラキル基	3.5

記 号	一般式	R ² 基	R ³ 基	G	y
A-4	(II)	ペンタデシル基	ペンタデシル基	アルキル基	1.38
A-5	(III)	ペンタデシル基	ペンタデシル基	アルキル基	1.38
A-6	(IV)	ペンタデシル基	トリデシル基	N-7セチルアラキ アミン 残基	3.51

【0061】注)

*1: C_a は炭素数 a の直鎖アルキル基、C_aF_b は炭素数 a で2重結合が b 個の直鎖炭化水素基を示す。

*2: アルキル基及びアルケニル基の重量比率は、牛脂由

40 来のアルコールを分留及び部分水添することにより調節した。

【0062】

【表2】

記 号	(B) 成 分
B-1	$\begin{array}{c} R^{5-2}COOC_2H_4 \\ R^{6-2}COOC_2H_4 \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ N^+ \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} CH_3 \\ CH_3 \end{array} \cdot Cl^-$ <p>(R^{5-2}, R^{6-2}: パーム油由来脂肪酸残基)</p>
B-2	$\begin{array}{c} R^{5-3}CONHC_3H_7 \\ R^{6-3}COOC_2H_4 \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ N^+ \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} CH_3 \\ CH_3 \end{array} \cdot Cl^-$ <p>(R^{5-3}, R^{6-3}: ステアリン酸残基)</p>
B-3	$\begin{array}{c} R^{5-4}CONHC_3H_7 \\ R^{6-4}COOC_2H_4 \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ N^+ \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} H \\ CH_3 \end{array} \cdot Cl^-$ <p>(R^{5-4}, R^{6-4}: 硬化牛脂由来脂肪酸残基)</p>
B-4	$\begin{array}{c} R^{5-5}CONHC_2H_5 \\ R^{6-5}COOC_2H_4 \end{array} \begin{array}{c} \diagup \\ N^+ \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} CH_3 \\ CH_3 \end{array} \cdot Cl^-$ <p>(R^{5-5}, R^{6-5}: 硬化パーム油由来脂肪酸残基)</p>
B-5	$\begin{array}{c} R^{9-2}COOCH-CH_2-N^+-CH_3 \cdot Cl^- \\ \quad \\ R^{10-2}COOCH_2 \quad CH_3 \end{array}$ <p>(R^{9-2}, R^{10-2}: 硬化牛脂由来脂肪酸残基)</p>
B-6	$\begin{array}{c} H_3C \quad CH_3 \\ \diagdown \quad \diagup \\ R^{11-4}-C \quad N-CH_2 \\ \quad \\ N-CH_2 \\ \\ C_2H_4OCOR^{12-4} \end{array} \cdot CH_3SO_4^-$ <p>(R^{11-4}, R^{12-4}: オレイン酸残基)</p>
B-7	$\begin{array}{c} R^{11-5}-C=N-CH_2 \\ \quad \\ N-CH_2 \\ \\ C_2H_4OCOR^{12-5} \end{array} \cdot HCl$ <p>(R^{11-5}: 硬化牛脂由来脂肪酸残基) (R^{12-5}: 牛脂由来脂肪酸残基)</p>
B-8	$\begin{array}{c} CH_3(CH_2)_{17}CHCH_2OCOCH_2-N^+-CH_3 \cdot Cl^- \\ \quad \\ (CH_2)_{15}CH_3 \quad CH_3 \end{array}$

記 号	(C) 成 分	窒素含量*1	粘 度*2
C-1	J R-125 (ユニオンカーバイド日本(株)商標)	2.0	100
C-2	J R-400 (ユニオンカーバイド日本(株)商標)	2.0	350
C-3	J R-30M (ユニオンカーバイド日本(株)商標)	2.0	1200
C-4	Catinal HC-100 (東邦化学工業(株)商標)	1.2	350
C-5	Catinal HC-200 (東邦化学工業(株)商標)	1.5	1200
C-6	Catinal LC-100 (東邦化学工業(株)商標)	0.8	550
C-7	Catinal LC-200 (東邦化学工業(株)商標)	1.0	1800
C-8	NKポリマー(RE) (日東化学工業(株)商標)	1.8	300
C-9	ジェルナーQL100 (ダイセル化学工業(株)商標)	0.5	350
C-10	ヒドロキシエチルメチルセル ロースSEW-04T (信越化学工業(株)商標) を特開平5-70501号公報の 実施例4記載の方法でリジ ルトリメチルアンモニウムクロリドでカチオ ン化したもの	3.2	5000
C'-1	H E CダイセルSP500 (ダイセル化学工業(株)商標)	0	350

【0064】注)

*000cps では No.3 ロータ、2000~10000cpsでは No.4

*1: ケルダール法にて測定した。

30 ロータを使用した。

*2: 2重量%水溶液を30℃に維持し、B型粘度計にてロ

【0065】

ータの回転数60rpmで測定した。この場合、(C)成分

【表4】

水溶液の粘度が、500cps以下では No.2ロータ、500~2*

記 号	任 意 成 分 (D)
D-1	ポリオキシエチレン(20%)ラウリルエーテル
D-2	ポリオキシエチレン(15%)オレイルエーテル
D-3	ポリオキシエチレン(30%)C ₁₂₋₁₄ 第2級アルコール エーテル
D-4	ポリオキシエチレン(20%)ステアリアルアミン

【0066】

【表5】

任 意 成 分 (E)		
E-1	グリセリンのEO付加物	(MW 8,900)
E-2	グリセリンのPO/EO = 15/85 (モル比) 付加物	(MW 10,000)
E-3	ソルビトールのPO/EO = 10/90 (モル比) 付加物	(MW 15,000)
E-4	テトラエチレンペンタミンのPO/EO = 2/98 (モル比) 付加物	(MW 20,000)
E-5	ポリエチレンイミン(MW 3,000)のPO/EO = 5/95 (モル比) 付加物	(MW 300,000)

注)

EOはエチレンオキシド、POはプロピレンオキシドの略

【0067】

* * 【表6】

No.	柔軟仕上剤組成物の組成 ([]内の数値は組成物中の重量%を示す)							柔軟 性	グリー- ン
	(A) 又は (A')成分	(B) 成 分	(C) 又は (C')成分	(A), (A') (C), (C') 重量比	(A), (A') (B)+(C), (C') 重量比	任意成分	その他の 成 分		
実 施 例	1 A-1 [4.0]	B-2 [0.5]	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+2	+1
	2 A-2 [4.0]	B-2 [0.5]	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+1	+2
	3 A-3 [4.0]	B-2 [0.5]	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+2	+1
	4 A-4 [4.0]	B-2 [0.5]	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+1	+1
	5 A-5 [4.0]	B-2 [0.5]	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	+1	+1
	6 A-1 [4.0]	B-1 [1.5]	C-1 [2.0]	66.7/33.3	53.3/46.7	—	—	+2	+1
	7 A-1 [12.0]	B-1 [1.5]	C-2 [1.0]	92.3/7.7	82.8/17.2	D-1 [1.0]	CaCl ₂ [0.02]	+1	+1
	8 A-1 [12.0]	B-3 [1.5]	C-3 [1.0]	92.3/7.7	82.8/17.2	D-2 [1.5] E-5 [0.1]	MgCl ₂ [0.02]	+1	+2

【0068】

【表7】

No.		柔軟仕上剤組成物の組成 ([] 内の数値は組成物中の重量%を示す)						柔軟 性	グリー ン感	
		(A) 又は (A')成分	(B) 成 分	(C) 又は (C')成分	$\frac{(A), (A')}{(C), (C')}$ 重量比	$\frac{(A), (A')}{(B)+(C), (C')}$ 重量比	任意成分			その他の 成 分
実 施 例	9	A-1 [12.0]	B-4 [1.5]	C-4 [1.0]	92.3/7.7	82.8/17.2	D-3 [1.5] E-4 [0.2]	CaCl ₂ [0.05]	+1	+1
	10	A-1 [12.0]	B-5 [1.5]	C-5 [1.0]	92.3/7.7	82.8/17.2	D-4 [1.5] E-2 [1.0]	Na ₂ SO ₄ [0.06]	+1	+1
	11	A-1 [12.0]	B-6 [0.5]	C-6 [1.0]	92.3/7.7	88.9/11.1	D-1 [1.0] E-1 [0.5]	ステアリン酸 [1.0]	0	+2
	12	A-6 [12.0]	B-7 [0.5]	C-7 [0.5] C-10[0.5]	92.3/7.7	88.9/11.1	E-3 [1.5]	CaCl ₂ [0.05]	+1	+1
	13	A-3 [12.0]	B-8 [0.5]	C-8 [0.5] C-9 [0.5]	92.3/7.7	88.9/11.1	—	CaCl ₂ [0.03]	+1	+2
比 較 例	1	A-1 [4.0]	—	—	—	—	—	—	-2	+1
	2	—	B-1 [4.0]	—	—	—	—	—	+1	-2
	3	—	—	C-1 [4.0]	—	—	—	—	-2	+1

【0069】

* * 【表8】

No.	柔軟仕上剤組成物の組成 ([] 内の数値は組成物中の重量%を示す)							柔軟 性	グリー ン感	
	(A) 又は (A')成分	(B) 成 分	(C) 又は (C')成分	$\frac{(A), (A')}{(C), (C')}$ 重量比	$\frac{(A), (A')}{(B)+(C), (C')}$ 重量比	任意成分	その他の 成 分			
比較例	4	—	B-1 [4.0]	C-1 [4.0]	—	—	—	—	+1	-1
	5	A'-1 [4.0]	B-2 [0.5]	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	0	0
	6	A'-2 [4.0]	B-2 [0.5]	C-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	0	0
	7	A-1 [4.0]	B-2 [0.5]	C'-1 [1.0]	80/20	72.7/27.3	—	—	-1	0
	8	A-1 [2.0]	B-2 [2.0]	C-1 [2.0]	50/50	33.3/66.7	—	—	-1	0
	9	A-1 [4.0]	B-2 [3.0]	C-1 [2.0]	66.7/33.3	44.4/55.6	—	—	0	0
	10	ジ硬化牛脂アルキルジメチルアンモニウムクロリド [5.0]							0	0

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.